Postverlagsort Berlin

FRESENIUS' ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

160. BAND, 6. (SCHLUSS-) HEFT

MIT 10 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 25. MÄRZ 1958)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1958

Z. anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 160 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-) Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Szekeres, L., E. Kardos und **M. Rády**, Über die Bestimmung der Jodat- und Perjodationen nebeneinander 401

Claassen, A., and **L. Bastings,** The Extraction of Ferric Chloride with Methyl Isobutyl Ketone and Amyl Acetate 403

Geilmann, W., Die Verwendung der Verdampfungsanalyse zur Erfassung geringster Stoffmengen. I. Das Arbeitsverfahren. Mit 6 Textabbildungen 410

Jayarama Reddy, P., D. V. N. Sarma and **Bh. S. V. Raghava Rao,** Separation of Lanthanum from other Cerite Earths excluding Cerium 426

Singh, B., S. S. Sahota and **S. Singh,** Sodium Hypochlorite as Volumetric Reagent. I. Determination of Organic Derivatives of Hydrazine 429

Berichtigung der Arbeit R. Neu, diese Z. **153**, 95 (1956) 433

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem chemischen Institut der Universität für Landwirtschaftswissenschaften, Budapest

Über die Bestimmung der Jodat- und Perjodationen nebeneinander

Von
L. Szekeres, E. Kardos und M. Rády

(Eingegangen am 27. November 1957)

Van der Meulen[1] hat gezeigt, daß die Jodsäure durch Bromwasserstoff in saurem Medium nur teilweise reduziert werden kann, während sie in alkalischem Medium durch Einwirkung der entstehenden OBr$^-$-Ionen regeneriert wird. Auf Grund dieser Beobachtung hat van der Meulen[1] eine Methode für die Bestimmung von JO_3^-- und BrO_3^--Ionen nebeneinander entwickelt.

Einer der Verfasser (Szekeres) hat in einer vorläufigen Mitteilung[4] bereits darauf hingewiesen, daß auch JO_4^--Ionen durch Bromwasserstoff in saurem Medium reduziert werden können. Bei dieser Reaktion entsteht neben JO_3^--Ionen auch elementares Jod (Jodmonobromid) in kleiner Menge.

Wenn man das Reaktionsgemisch alkalisch macht, wird das elementare Jod durch die entstehenden Hypobromitionen zu Jodat oxydiert. Der Überschuß an Hypobromit kann in Anwesenheit von Jodationen durch verschiedene Reduktionsmittel (wie z. B. Äthylalkohol) reduziert werden. Die Reduktion ist unter geeigneten Bedingungen quantitativ[5].

Da so die Perjodationen quantitativ zu Jodationen reduziert werden können, ist diese Reaktion zur Bestimmung von JO_4^-- und JO_3^--Ionen nebeneinander verwertbar.

Bisher stehen für diesen Zweck außer den volumetrischen Verfahren von Müller u. Friedberger[2] bzw. von Rappaport[3] vorwiegend nur die gravimetrische Methode von Willard u. Thompson[4] zur Verfügung.

Die von uns für die Bestimmung von Jodat- und Perjodationen nebeneinander entwickelte Methode beruht darauf, daß man in einem Teil der zu untersuchenden Probe die Gesamtmenge beider Ionen auf bekannte Weise jodometrisch bestimmt. Ein zweiter gleich großer Teil der Probe wird mit Kaliumbromid und Salzsäure versetzt, wobei in kurzer Zeit die Reaktion $JO_4^- + 2\,Br^- + 2\,H^+ = JO_3^- + H_2O + Br_2$ abläuft. Anschließend wird das Gemisch (mit $NaHCO_3$) alkalisch gemacht und das

entstandene Natriumhypobromit auf dem Wasserbade mit Äthylalkohol zu Natriumbromid reduziert (Natriumjodat wird durch Äthylalkohol nicht angegriffen). Die Menge des nun in der Lösung anwesenden Jodats wird in üblicher Art jodometrisch bestimmt.

Aus den Ergebnissen berechnet man die Menge der Jodat- und Perjodationen wie folgt:

Hat man bei der ersten Titration x ml, bei der zweiten Titration (nach Reduktion mit Äthylalkohol) y ml $Na_2S_2O_3$-Meßlösung verbraucht und sind eine b ml Maßlösung entsprechende Menge Perjodationen und eine c ml Maßlösung entsprechende Menge Jodationen vorhanden, so ist

$$x - y = a, \quad 4a = b, \quad x - b = c.$$

Wie die Angaben der Tab. 1 erkennen lassen, verfügt die Methode über eine ausreichende Genauigkeit; sie hat außerdem den Vorteil, daß sie außerordentlich rasch durchführbar ist.

Tabelle 1

Nr.	0,1 n HJO_4-Lösung	0,1 n KJO_3-Lösung	KBr	2 n Salzsäure*	2 n NaOH	$NaHCO_3$**	C_2H_5OH***	H_2O	20%iges HCl	2%ige KJ-Lösung	Verbrauch an 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung ml			
											Gefunden			Berechnet
	ml	ml	g	ml	ml	g	ml	ml	ml	ml				
1	5	—	0,5	3	3	1	5	70	5	5	3,85	3,75	3,80	3,75
2	5	5	1	5	5	2	10	40	10	10	8,75	8,80	8,85	8,75
3	5	10	1	8	8	3	15	20	15	15	13,80	13,60	13,75	13,75
4	5	20	1	12,5	12,5	5	25	—	25	25	23,70	23,75	23,75	23,75
5	20	5	2	12,5	12,5	5	25	—	25	25	20,10	19,90	20,10	20,00

* Nach dem Ansäuern wurde das Gemisch 5—10 min lang stehen gelassen.

** Bemerkung: Im Falle eines Bromverlustes ist eine Zugabe von einigen (1—5) ml einer Kaliumbromid enthaltenden Bromlösung zum Gemisch zweckmäßig.

*** Das Gemisch wurde 15 min lang auf dem Wasserbade erwärmt.

Die Versuche wurden folgendermaßen durchgeführt. 5,0—12,5 ml 2 n Salzsäure und 1—2 g KBr wurden zu 10—25 ml eines ungefähr 0,1 n Perjodat-Jodatgemisches zugegeben, das ungefähr 0,6 n saure Gemisch wurde 3—10 min lang stehen gelassen und sodann mit 2 n Natronlauge neutralisiert. Nach der Zugabe von 2—5 g $NaHCO_3$ und 10—25 ml Äthylalkohol wurde die Lösung auf einem Wasserbade 15 min lang erwärmt (gegebenenfalls mit Wasser ein wenig verdünnt), mit 20%iger Salzsäure etwas angesäuert und in Anwesenheit von 10—25 ml 2%iger Kaliumjodidlösung mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung titriert.

Da Hypobromit-Ionen außer mit Äthylalkohol auch mit anderen Reagentien (wie z. B. H_2O_2, HCOONa, $[COONa]_2$, CON_2H_4) reduziert werden können, wollen wir demnächst auch die Verwendungsmöglichkeit dieser Reagentien untersuchen.

Zusammenfassung

Jodat- und Perjodationen können nebeneinander auf folgende Weise bestimmt werden:

Ein aliquoter Teil einer ungefähr 0,1 n Lösung der zu untersuchenden Substanz wird nach Zugabe von KJ und HCl mit Natriumthiosulfatlösung titriert. In einem anderen aliquoten Teil werden die Perjodationen mittels KBr + HCl zu Jodat reduziert und das entstandene elementare Brom wird nach Alkalisierung durch Äthylalkohol bei der Temperatur des Wasserbades in Bromid übergeführt. Nach der Reduktion mit Äthylalkohol enthält die zu untersuchende Lösung ausschließlich Jodationen, die man jodometrisch bestimmt.

Literatur

[1] van der Meulen, J. H.: Chem. Weekbl. **27**, 578 (1930). — [2] Müller, E., u. O. Friedberger: Ber. dtsch. chem. Ges. **35**, 2655 (1902); vgl. diese Z. **52**, 755 (1903). — [3] Rappaport, F.: Mikrochim. Acta **1**, 290 (1937). — [4] Szekeres, L.: Magyar Kémiai Folyóirat **60**, 249 (1954); vgl. diese Z. **147**, 141 (1955). — [5] Szekeres, L.: Magyar Kémiai Folyóirat **60**, 108, 165 (1954); vgl. diese Z. **145**, 237 (1955). — [6] Willard, H. H., u. J. J. Thompson: J. Amer. chem. Soc. **56**, 1827 (1934); vgl. diese Z. **103**, 369 (1935).

Prof. Dr. L. Szekeres, Budapest VII., Peterdy u. 12. — E. Kardos, Budapest VIII., Népszinház u. 22. — M. Rády, Budapest II., Nyul u. 16.

Philips' Research Laboratories, N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven-Netherlands

The Extraction of Ferric Chloride with Methyl Isobutyl Ketone and Amyl Acetate

By

A. Claassen and **L. Bastings**

(Eingegangen am 29. November 1957)

One of the oldest extraction methods for iron is the extraction of ferric chloride with diethylether. The disadvantages of this method are well known: extraction is only possible in a very limited range of acidity; the distribution ratio* is small (~ 100); total extraction of iron is often difficult due to photochemical reduction to non-extractable ferrous iron.

* The distribution ratio D is defined by

$$D = \frac{\text{concentration of iron in organic phase}}{\text{concentration of iron in aqueous phase}}$$

according to Morrison and Freiser[4].

The high inflammability of diethylether is also a serious drawback. Diisopropylether[2] and dichloroethylether[1] are somewhat less critical regarding acidity and have the advantage of a higher boiling point. Neither however, seem to have found extensive use for the extraction of traces of iron.

In 1948 the extraction of ferric chloride by amyl acetate was described[6]; the extraction is only efficient in fairly high concentrations of hydrochloric acid (above 9 M) in which a number of chlorides have only a limited solubility.

In 1947 Kuznecov[3] investigated a number of organic solvents as to their suitability for the extraction of ferric chloride; methyl isobutyl ketone was found to have a distribution ratio of 3000 in 7 M hydrochloric acid. Recently Specker and Doll[5] found methyl isobutyl ketone (in the following abbreviated to MIK) very suitable for the determination of traces of iron in alloys and ores; distribution ratios above 1000 were reported in the range of 5.5–7 M hydrochloric acid.

We could confirm this work on MIK but encountered difficulties caused by emulsification. Specker and Doll state that emulsification is promoted by traces of fat or grease. Exclusion of these substances however did not prevent emulsification taking place in incidental cases, especially in determining blanks. It was found that by taking as extractant a mixture of MIK and amyl acetate (in the following called AA) emulsification never occured. An advantage of the mixture over pure MIK is moreover that its refractive index differs more from that of water than the refractive index of MIK, so that separation of the phases is easier when working with uncoloured solutions.

In practice mixtures (2 + 1) and (1 + 1) by volume of MIK + AA proved to be suitable; the latter mixture gives a somewhat quicker separation of the phases than the former. For both mixtures distribution ratios in excess of 1000 are obtained in solutions 6.2–10 M in hydrochloric acid. A concentration of 7 M is proposed as suitable for general application.

We wanted to apply this procedure both for the determination of traces of iron and for the quantitative elimination of iron from solutions in which other elements have to be determined. It was therefore desirable to have available as much information as possible about the behaviour of other elements under the conditions chosen for the extraction of iron. A detailed study to this effect has been made.

Experimental

Reagents:

Methyl isobutyl ketone (4-methyl-2-pentanone). A commercial product was used without further purification. A purified product obtained by fractional distillation gave identical results.

Amyl acetate. The commercial product called amyl acetate is of variable composition and consists for the greater part of iso-amyl acetate (3-methyl-butyl acetate). The experiments described in the following were performed with Hopkin & Williams amyl acetate "purified", which contains, according to the specification, between 70 and 85% 3-methyl-butyl acetate and 15 to 30% active acetate (2-methyl-butyl acetate). Identical results were obtained with the "Analar" product of the same firm and with the same specification. Other commercial products of unknown origin or specification gave distribution ratios for this solvent alone which differed by plus or minus 50%; in mixture with MIK the differences were much smaller.

Standard iron solution. Solutions containing 100 mg of iron in 5 ml and 7 M in hydrochloric acid were obtained by dissolving pure iron in that acid and oxidizing with a minimum amount of nitric acid. In the beginning of our investigation low and erratic distribution ratios were sometimes observed. These were obtained from iron solutions which had been stored for several weeks before being used. It is possible that in these solutions traces of ferrous iron had developed. With iron solutions which had not been stored longer than one week, this effect has never been observed.

If required solutions were made up in other concentrations of acid and used immediately.

Mixture (1+1): 1 volume MIK+1 volume AA.

Mixture (2+1): 2 volumes MIK+1 volume AA.

Determination of the Distribution Ratio of Iron

The distribution ratio of iron as a function of the concentration of hydrochloric acid was determined by shaking a solution of 100 mg of iron (5 ml of standard solution) in 25 ml of hydrochloric acid of the required concentration with an equal volume of organic solvent for 15—30 sec at room temperature. Longer shaking times proved to be unnecessary. Shaking was done by hand in stoppered measuring cylinders*. After separation of the layers the measuring cylinder was emptied into a separating funnel in which complete separation of the phases was allowed to take place for as long as was necessary to obtain an absolutely clear aqueous phase. The aqueous phase was then drawn off and analysed photometrically for its iron content with o-phenantroline. If necessary the iron content of both phases was determined photometrically or volumetrically.

Values of D for MIK, AA and the (2+1) and (1+1) mixtures are given in Table 1 (p. 406).

A distribution ratio in excess of 1000 is obtained in 5.5–7.7 M HCl for MIK, in 6.2—10 M HCl for both mixtures and in concentrations above about 8.5 M for AA. This means that in these ranges one extraction is sufficient for practically complete separation of iron.

The values given for MIK agree fairly well with those given by Specker and Doll[5].

Both mixtures give practically the same results, with distribution ratios of about 4000 in 7 M hydrochloric acid.

---

* Extraction was initially carried out in measuring cylinders and not in separating funnels for the following reason. When the aqueous iron solution is transferred to a separating funnel, a small amount of iron always diffuses between plug and housing into the bore of the stopcock. This quantity of iron escapes extraction and is withdrawn together with the lower aqueous phase, thus giving distribution ratios which are much too low.

Table 1. *Distribution Ratio for Ferric Chloride as a Function of Hydrochloric Acid Concentration*

Total amount of iron taken: 100 mg. Each phase 25 ml

HCl Molarity	MIK	MIK + AA 2 + 1	MIK + AA 1 + 1	AA
0.5	–	0.0004	0.0005	–
1.0	0.02	0.002	0.003	0.00003
2.0	0.15	–	–	0.0008
2.5	–	0.01	0.02	–
3.0	2.2	–	–	0.01
3.5	–	0.6	0.8	–
4.0	38	17	20	0.16
4.5	–	25	–	–
5.0	350	100	100	1.7
5.5	1000	250	–	–
6.0	3000	800	600	–
6.5	–	1700	1300	–
7.0	7000–10000	4000–5000	3000–4000	90
7.5	5000	–	–	250
8.0	300	6000–8000	6000–7000	600
9.0	–	7000–8000	8000	1500
10.0	no phase separation	3000	2000	3300
10.5		16	25	–
11.0		–	–	5000
12.0		–	–	7000

From the figures given for AA alone it is evident that shaking concentrated hydrochloric acid with this solvent is a very simple method of freeing it from traces of iron.

By shaking the organic phase with water the iron is transferred quantitatively to the aqueous phase, as can be expected by noting the extremely small distribution ratios in solutions of low acid concentration (see Table 1). Owing to the small solubility of hydrochloric acid in the organic solvent, the aqueous phase becomes about 0.05 M in hydrochloric acid in this stripping process, when using equal volumes of both phases.

Effect of Iron Concentration

The distribution ratios of Table 1 were obtained with an iron concentration of 100 mg per 25 ml. As the distribution ratio may be dependent on the concentration, experiments were made with a range of concentrations (see Table 2).

Table 2. *Distribution Ratio D for Various Concentrations of Iron in 7 M HCl*

Extraction by mixture (2+1)

Concentration of iron in mg per 50 ml	1000	500	250	10	5	1
D	600	5000	4500	~ 5000	~ 5000	> 1000

It is seen from Table 2 that D remains large down to low concentrations of iron. With iron concentrations above 500 mg/50 ml extraction efficiency decreases.

Work with synthetic solutions showed that with both mixtures one extraction is sufficient to extract microgram amounts of iron quantitatively.

Effect of other Acids and of Salts

No effect on the extraction efficiency of mg or μg quantities of iron from 7 M hydrochloric acid was observed for both mixtures, when the solution was also made 3.5 M in nitric acid or 2.5 M in sulphuric acid. The addition of 1 g of ammonium chloride or 1 g of ammonium sulphate per 25 ml did not interfere. Perchloric acid is extracted to a large extent.

Behaviour of other Elements

In order to study to what extent other elements are extracted, 25 ml of a 7 M hydrochloric acid solution of a salt (mostly the chloride) of the element concerned was shaken with 25 ml of organic solvent. The amount transferred to the organic phase, and expressed as a percentage of the total quantity, was determined by appropriate analytical methods.

Tests with concentrations of 1 g per 25 ml of the following elements showed less than 0.01% extraction: Al, Ba, Be, Bi, Ca, Ce^{III} and Ce^{IV}, Cr^{III}, Pb, Mg, Mn^{II}, Ni, K, Ag*, Na, Sr, Th, Tl^{I}*.

The following elements at a concentration of 100 mg per 25 ml showed less than 0.05% extraction: La, Nd, U^{VI}, Y, Zr.

Elements extracted perceptibly are given in Table 3 (p. 408).

The behaviour of phosphoric acid was somewhat erratic as slightly varying results were obtained under identical conditions. In the presence of iron more phosphoric acid was extracted (up to 4%), than in iron-free solutions.

Proposed Procedure for the Extraction of small Amounts of Iron (< 1 mg)

Obtain the iron in a hydrochloric acid solution and adjust the molarity of free hydrochloric acid to 7. The volume may range from 20—100 ml, whereas small concentrations of nitric or sulphuric acid below 2.5 M do not interfere. Extract once with the same volume of (2+1) or (1+1) mixture by shaking for about 15 sec. After separation of the layers the aqueous layer is drawn off and discarded. Add the same volume of 7 M hydrochloric acid to the organic phase and shake for 15 seconds. Draw off the aqueous phase and discard it. Shake the organic phase with 25 ml of water for 30 sec. After separation of the phases, the aqueous layer, which contains all the iron, can be withdrawn and used for the determination

* The precipitates of AgCl and of TlCl were left in the aqueous phase during extraction.

of iron in any convenient way. For the photometric determination of iron with o-phenanthroline the small amounts of organic material dissolved in the iron solution do not interfere.

Table 3. *Elements Extracted from 7 M Hydrochloric Acid*
Each phase 25 ml

Element	% in organic phase		Initial concentration of element in aqueous phase mg/25 ml
	MIK + AA (1 + 1)	MIK + AA (2 + 1)	
Sb^{III}	46	59	100
Sb^{V}	94	> 99	100
As^{III}	80	80	100
As^{V}	25	18	100
B (as H_3BO_3)	0.3	0.3	150
Cd	2.9	4.2	500
Co	0.10	0.18	1000
Cu	0.3	0.8	1000
Ga	90	99	100
Ge	97	94	100
Au^{III}	> 99	> 99	100
In	16	48	100
Fe^{III}	> 99.9	> 99.9	see Table 2
Hg^{II}	5	6	100
Mo^{VI}	74	92	100
Pd	< 1	< 1	50
P (as H_3PO_4)	0.5–4	0.5–4	10–1000
Pt^{IV}	~ 0.5	~ 0.5	100
Se^{IV}	5.8	6.0	1000
Se^{VI}	4.0	2.5	1000
Te^{IV}	42	97	1000
Te^{VI}	0.6	4	1000
Tl^{III}	> 99	> 99	100
Sn^{IV}	30	78	100
Ti^{IV}	1.0	0.6	500
W^{VI}*	49	20	100
V^{V}	28	21	50
Zn	1.8	4.0	500

* With 1 ml conc. H_3PO_4 added.

Proposed Procedure for the Extraction of large Amounts of Iron

Prepare the iron solution as described above. The volume should be so adjusted that the concentration of iron does not exceed 0.5–1 g per 50 ml. Extract by shaking for about 15 sec with an equal volume of (1+1) or (2+1) mixture. Draw off the aqueous phase into a second separating funnel and shake again with an equal volume of fresh solvent. Draw off the aqueous phase which is now free from iron.

Combine both organic extracts and shake them once with 50 ml of 7 M hydrochloric acid.

Draw off the hydrochloric acid phase and shake it with a small volume of organic solvent to recover the trace of iron it has taken up. This aqueous phase now contains the small amounts of elements like copper, cobalt, titanium that are extracted only very sligthly; if desired this phase can be added to the original aqueos phase from which iron has been removed.

Table 3 shows which elements have been removed partly or completely with the iron.

Applications

The first procedure has been applied with success in all the cases already described by SPECKER and DOLL[5] when extracting with MIK alone. New applications have been the determination of traces of iron in nickel cathodes for valves and the extraction of small amounts of gallium in the presence of aluminium.

The second procedure has been used successfully in the analysis of barium ferrites where a large quantity of ferric iron interferes with the determination of barium.

Summary

The extraction of iron as ferric chloride in 7 M hydrochloric acid by a mixture of (1+1) or (2+1) methyl isobutyl ketone and amyl acetate is quantitative for macro as well as for micro amounts of iron. The distribution ratio is very high (~ 4000). With these mixtures no emulsification difficulties are encountered as they are with methyl isobutyl ketone alone. The behaviour of 44 elements in this extraction has been investigated.

References

[1] AXELROD, J., and E. H. SWIFT: J. Amer. chem. Soc. **62**, 33 (1940). — [2] DODSON, R. W., G. J. FORNEY and E. H. SWIFT: J. Amer. chem. Soc. **58**, 2573 (1936). — [3] KUZNECOV, V. I.: Ž. obšč. Chim. (UdSSR) **17**, 175 (1947). — [4] MORRISON, G. H., and H. FREISER: Solvent extraction in analytical chemistry, New York 1957. — [5] SPECKER, H., and W. DOLL: Z. analyt. Chem. **152**, 178 (1956). — [6] WELLS, J. E., and D. P. HUNTER: Analyst **73**, 671 (1948); c. f. Z. analyt. Chem. **131**, 136 (1950).

Dr. A. CLAASSEN, Philips' Research Laboratories,
N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, Netherlands

Aus dem anorg.-analyt. Institut der Universität Mainz

Die Verwendung der Verdampfungsanalyse zur Erfassung geringster Stoffmengen

I. Das Arbeitsverfahren

Von

W. Geilmann*

Mit 6 Textabbildungen

(Eingegangen am 5. Dezember 1957)

Der Gedanke, den Unterschied im Dampfdruck anorganischer Stoffe zu ihrer Trennung heranzuziehen, wurde bereits sehr früh in der analytischen Chemie mit Erfolg verwandt, wobei in neuester Zeit der Verdampfung im Hochvakuum das besondere Interesse galt[3].

Bereits vor einiger Zeit wurde gezeigt, daß Zink durch Verdampfung im Wasserstoffstrom bei normalem Luftdruck von festen Stoffen aller Art abgetrennt und im Sublimat bestimmt werden konnte, womit ein für Zinkmengen von einigen Mikrogrammen bis zu mehreren Milligrammen geeignetes, einfach durchführbares Bestimmungsverfahren gegeben war[2].

Das gleiche Arbeitsverfahren ist grundsätzlich auf andere, bei nicht zu hoher Temperatur verdampfbare Metalle und Verbindungen übertragbar und läßt sich zu einem Arbeitsverfahren ausbauen, nach dem Stoffmengen in der Größe von Nanogrammen abzutrennen und mit ausreichender Genauigkeit zu erfassen sind (1 ng = $1{,}10^{-9}$ g).

Daneben ergibt sich der große Vorteil, daß ohne erheblichen Reagentienverbrauch große Einwaagen verarbeitet werden können, so daß die Gefahr der Einschleppung ihrer Verunreinigungen verringert ist.

Unmittelbar ist die Verdampfungsanalyse auf solche Stoffe anwendbar, die keine zu große Menge anderer Stoffe enthalten, die bei den gleichen Arbeitsbedingungen flüchtig sind. Dagegen eignet sich das Verfahren unmittelbar nicht für Lösungen aller Art und deren Eindampfungsrückstände sowie für thermisch spaltbare Salze.

Solche Proben verlangen eine chemische Aufarbeitung, bei der der nachzuweisende Stoff auf einem nicht flüchtigen Träger niedergeschlagen wird, von dem er anschließend verdampft werden kann. Unter Verwendung geeigneter Fällungsverfahren und Träger können dann einige Nanogramme

* Zusammengefaßt nach den Untersuchungen der Mitarb. K. H. Neeb, R. Neeb, H. F. Siegert, A. Spang u. a.

eines Elementes selbst aus Flüssigkeitsmengen von ½ l und mehr mit Sicherheit abgeschieden und nach der Verdampfung erkannt und bestimmt werden.

Damit wird die nachstehend beschriebene Form der Verdampfungsanalyse zu einem allgemein verwendbaren, schnell durchführbaren, für die Spurenanalyse bedeutungsvollen Verfahren, einerlei ob es sich um die Prüfung kleinster Einwaagen oder um die größerer Probemengen mit geringsten Beimengungen handelt.

Wie Verdampfungsversuche unter Zusatz radioaktiver Isotope ergaben, verläuft bei geeigneten Arbeitsbedingungen die Verdampfung und Kondensation geringster Mengen eines Stoffes stets quantitativ bis herab zu Bruchteilen von Nanogrammen.

Die wirkliche Leistungsfähigkeit des gesamten Verfahrens ist allein begrenzt durch die gewählte Nachweis- und Bestimmungsmethode, durch deren Nachweisgrenze und Fehlerbreite.

Je nach dem beabsichtigten Zweck können zur Erfassung des verdampften Stoffes rein chemische Arbeitsverfahren, wie sie in der Mikrochemie entwickelt sind, herangezogen werden, aber ebensogut ist die Polarographie oder die Spektralanalyse zu verwenden.

Die größte Nachweisempfindlichkeit zeigt zweifellos die Spektrographie, jedoch ist der prozentuale Fehler der quantitativen Bestimmung aber auch am größten, während die anderen Verfahren wohl eine geringere Nachweisempfindlichkeit aufweisen, dafür aber eine zuverlässigere Bestimmung gewährleisten, so daß sie für die Ermittlung von μg-Mengen den Vorzug verdienen.

Die volle Leistungsfähigkeit der Spektrographie, die zudem den Vorteil bietet, daß gleichzeitig mehrere Elemente erfaßt werden können, wird aber nur dann erreicht, wenn die verdampften Stoffe unter günstigsten Bedingungen sofort auf den Elektroden kondensiert werden, was durch entsprechende Gestaltung des Verdampfungsrohres leicht zu erzielen ist.

Bei der Entwicklung des Verfahrens wurde, trotz der zweifellos vorhandenen Vorteile, auf eine Verdampfung im Hochvakuum verzichtet. Es wurde bei normalem Luftdruck mit einem geeigneten Treib- und Reaktionsgas gearbeitet, was nicht nur eine einfache Apparatur verlangte, sondern auch die Möglichkeit bot, chemische Umsetzungen zwischen Gas und Probe zu Trennungen auszunutzen.

Als Gase können benutzt werden: Luft bzw. reiner Sauerstoff, Stickstoff, Wasserstoff oder geeignete Gemische von Wasserstoff mit Schwefelwasserstoff, Halogenwasserstoffe, Kohlenoxyd und andere, so daß Verflüchtigungen als Metall, Oxyd, Halogenid oder Sulfid möglich sind, was für den Anwendungs- und Trennungsbereich von Bedeutung sein kann.

Die Durchführung der Verdampfung

Experimentell am einfachsten durchführbar ist die Verdampfung im einseitig zur Capillare ausgezogenen Quarzrohr, wie sie bereits für den Nachweis und die Bestimmung geringer Zinkmengen beschrieben ist[2].

Dieses Verfahren ist allgemein anwendbar zur Bestimmung von Mengen von einigen Mikrogrammen bis zu der von Milligrammen; es macht jedoch erhebliche Schwierigkeiten, sobald Mengen unterhalb von 1 μg erfaßt werden sollen. Die anfallenden, relativ großen, zum Lösen des Beschlages

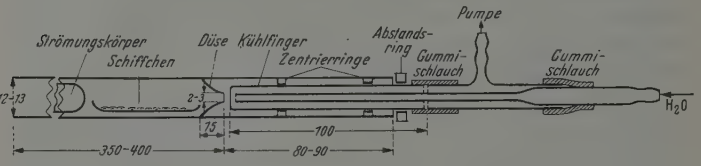

Abb. 1. Verdampfungsrohr mit Düse und Kühlfinger

und Auswaschen des Rohres benötigten Flüssigkeitsmengen, die auch bei vorsichtigster Dosierung auf 5—10 ml ansteigen werden, müssen eingedampft werden, ehe eine Weiterverarbeitung möglich ist.

Abgesehen von dem erforderlichen Zeitaufwand können hierbei Fehler auftreten, die verursacht sind durch Einschleppung von Verunreinigungen aus den Reagentien, das in Lösung gehende Gefäßmaterial, die Verluste durch Verflüchtigung oder Umsetzungen auf der Gefäßwand und andere mehr. Fehler, die absolut gesehen gering und bei der Verarbeitung von einigen Mikrogrammen noch tragbar sind. Bei der Verarbeitung von Nanogrammen nehmen sie relativ gesehen aber solche Größen an, daß die Verarbeitung des Eindampfrückstandes oft erhebliche Schwierigkeiten bereiten wird.

Diese Fehler sind wesentlich einzuschränken durch Verringerung der benötigten Flüssigkeitsmengen, was aber zu einer Änderung des Verdampfungsrohres zwingt, durch die erreicht wird, daß ein Sublimat sich auf einer sehr eng begrenzten Stelle abscheidet, von der es leicht mit einem Minimum an Lösungs- und Waschflüssigkeit quantitativ entfernt werden kann.

Diese Forderung wird erfüllt bei der Durchführung der Verdampfung im Rohr mit Düse und Kühlfinger, wie es in Abb. 1 mit allen für den Bau erforderlichen Maßangaben gezeichnet ist.

In das 12 mm weite und 1 mm starke Quarzrohr* ist etwa 60—70 mm von einem Ende eine Düse eingeschmolzen, was am besten gelingt, wenn das Rohr

* Der für das Rohr verwandte Quarz muß thermisch beständig sein. Die für optische Zwecke hergestellten völlig durchsichtigen Rohre sind ungeeignet, da sie zu leicht entglasen.

aus zwei gleich weiten Rohrstücken zusammengeschmolzen wird, nachdem das längere Stück mit einer Düse versehen war. Die Düse darf nicht zu dünnwandig sein, ihre Öffnung von 2—3 mm Weite muß kreisförmig sein und glatt und senkrecht zur Rohrachse abgeschliffen werden. Auf den mit der Düse versehenen Rohrteil wird anschließend das kurze Rohrstück gesetzt und mit dem Düsenteil verschmolzen, wobei vor allem zu beachten ist, daß die möglichst genaue achsiale Lage der Düse erhalten bleibt.

Die Länge der Düse richtet sich nach der Flüchtigkeit des zu verdampfenden Stoffes; bei der Verarbeitung schwerer flüchtiger Bestandteile, wie Blei, Wismut und anderer, soll sie, wie gezeichnet, etwa 10—12 mm lang sein, während für leichter verdampfende Elemente, wie Zink, Thallium oder Cadmium, Düsenlängen von 20—25 mm noch tragbar sind. Im wesentlichen maßgebend für die Leistung einer Düse ist die zentrale Lage und eine glatt abgeschliffene Öffnung.

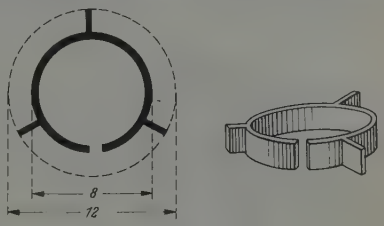

Abb. 2. Zentrierringe

Der Kühlfinger ist ein einseitig zugeschmolzenes dünnwandiges Quarzrohr (Wandstärke ½ mm), von etwa 100 mm Länge und 8—9 mm äußerem Durchmesser. Der Boden soll völlig eben oder schwach nach außen gewölbt und seine Fläche möglichst genau senkrecht zur Achse ausgerichtet sein. Bei der Durchführung der Verdampfung muß der Kühlfinger genau in der Achse des Rohres mit immer gleichem Abstand des Bodens von der Düse liegen. Diese Zentrierung erfolgt durch zwei auf ihn aufgeschobene federnde Zentrierringe und die Einstellung des Abstandes durch einen aufgesetzten federnden Abstandsring.

Die Zentrierringe, Abb. 2, sind federnde, einseitig aufgeschnittene Metallringe, die drei gleichmäßig auf den Umfang verteilte Nasen aufweisen, deren Länge durch sorgfältiges Abfeilen so abgeglichen ist, daß der mit dem aufgeschobenen Ringe versehene Finger sich gerade noch bequem in das Verdampfungsrohr, das glatt abgeschliffen sein muß, einschieben läßt und dabei Rohr- und Fingerachse möglichst genau zusammenfallen.

Der Abstandsring ist wie ein Zentrierring gebaut, nur sind seine Nasen soweit verlängert, daß sie beim eingesetzten Finger über das Verdampfungsrohr greifen und so beim Einschieben bis zum Anschlag der Boden immer im gleichen Abstand von der Düse gehalten wird, sobald der Abstandsring sich auf der gleichen markierten Stelle des Fingers befindet.

Die Kühlvorrichtung besteht aus einem Glasrohr von der gleichen äußeren und inneren Weite des Kühlfingers und trägt einen kurzen seitlich angesetzten, engen Stutzen zum Anschluß an eine Wasserstrahlpumpe. Dieses Stück ist mittels Gummischlauches mit dem Kühlfinger verbunden (Abb. 1).

Eingeführt, und ebenfalls durch ein Schlauchstück verschiebbar gehalten, ist das Zuleitungsrohr für das Kühlwasser, bestehend aus einem kurzen, genau in das Rohr passenden Rohrstück, das in ein engeres Rohr von 3 mm Weite und solcher Länge übergeht, daß seine glatt abgeschnittene Mündung sich auf 2—3 mm Abstand dem Boden des Kühlfingers nähert, ein Abstand, der durch Verschiebung im Gummischlauchstück einzustellen ist.

Die Kühlung erfolgt im allgemeinen durch Wasser, das von einer am seitlichen nach oben gerichteten Stutzen angeschlossenen Wasserstrahlpumpe angesaugt wird.

Das Ansaugen erwies sich dem unmittelbaren Einleiten des Wassers als überlegen, da beim Auftreten von Undichtigkeiten ein Austritt von Wasser sicher unterbleibt.

Bei der Verdampfung sehr schwer flüchtiger Stoffe ist die Kühlung mit Wasser zu kräftig, so daß sich, besonders bei Verwendung eines Kühlfingers aus Metall mit aufgesetzter „Kappe", die Kühlung zu stark auswirkt, und es bereits in der Düse zu Abscheidungen kommt, die der Bestimmung entzogen werden. In solchen Fällen wird zur Kühlung Luft verwandt, die mit dem Gebläse über einen Strömungsmesser durch das

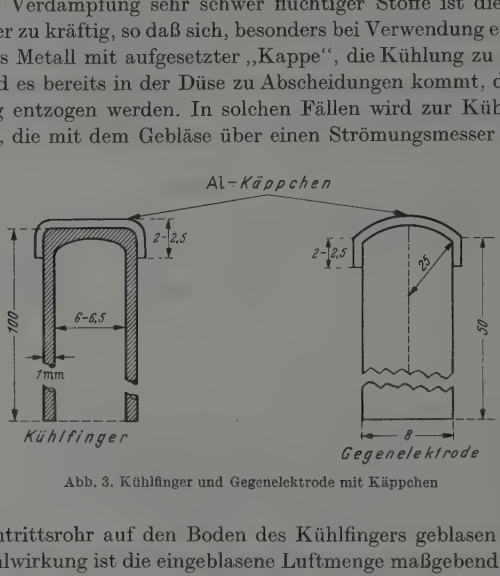

Abb. 3. Kühlfinger und Gegenelektrode mit Käppchen

Wassereintrittsrohr auf den Boden des Kühlfingers geblasen wird. Für seine Kühlwirkung ist die eingeblasene Luftmenge maßgebend, die daher erprobt und aufrechterhalten werden muß, was durch die Beobachtung des Strömungsmessers leicht geschehen kann.

Soll der Nachweis und die Bestimmung des verdampften Stoffes spektralanalytisch erfolgen, so wird ein Kühlfinger aus Metall verwandt, der gleich als Elektrode bei der Erzeugung des Funkenspektrums dienen kann. Um ihn dauernd benutzen zu können, wird die Stirnfläche mit einem Metallkäppchen bedeckt, auf dem sich die verdampften Elemente niederschlagen und von dem sie im kondensierten Funken wieder verdampft werden.

Der Kühlfinger wird aus einem 8 mm starken und 90—100 mm langen Stück Rundmessing oder Kupfer gefertigt, das axial mit einer Bohrung von 6—6,5 mm Durchmesser versehen wird. Die Bohrung wird so tief geführt, daß an der Stirnseite des Fingers eine Metallwand von höchstens 2 mm Stärke stehenbleibt. Die Stirnfläche selbst ist eben abgedreht und ihre Kante leicht abgerundet, wie es die Abb. 3 zeigt.

Diese Abrundung ist erforderlich, damit beim späteren Abfunken keine Störung im Funkenübergang eintreten kann.

Die Käppchen werden aus reinsten Metallblechen gestanzt, ihre Form entspricht der Stirnfläche des Kühlfingers, ihr Rand ist etwa 3 mm hoch. Als vorzüglich geeignet erwiesen sich Kappen aus reinstem Aluminiumblech (Raffinal) von

0,25 mm Stärke, deren Reinheit fast immer ausreichte. Ebenso können Käppchen aus Silber, Gold, Platin oder Kupfer benutzt werden, falls Aluminium aus spektralanalytischen Gründen nicht brauchbar sein sollte.

Die fertig gestanzten Hütchen werden nach dem Entfetten mit etwas Aceton, kurz mit verdünnter reinster Salzsäure zur Entfernung von den beim Pressen aufgenommenen Eisenspuren behandelt, dann mit reinstem Wasser gewaschen und getrocknet. Sie sind staubsicher aufzubewahren und dürfen nur mit einer reinen Pinzette, nie mit den Fingern berührt werden. Zum Aufsetzen auf den Kühlfinger werden sie auf ein Päckchen weiches Filterpapier gelegt, der Kühlfinger wird aufgesetzt und so stark aufgedrückt, daß sich das Aluminiumblech dem Messing fest anlegt. Der Kühlfinger wird dann mit Zentrier- und Abstandsring versehen, mit der beschriebenen Kühlvorrichtung verbunden und in gleicher Weise wie ein Quarzfinger in das Verdampfungsrohr eingesetzt.

Für die Durchführung der Verdampfung wichtige Gesichtspunkte

Die Durchführung der Verdampfung im einseitig ausgezogenen Rohre ist grundsätzlich die gleiche wie bei der Verwendung eines Rohres mit Düse und Kühlfinger, jedoch verlangt letzteres größere Sorgfalt, um bei der quantitativen, vor allem spektrographischen Bestimmung, zu fehlerfreien Ergebnissen zu kommen.

Die Erhitzung des Verdampfungsrohres wird in einem elektrisch beheizten Röhrenofen vorgenommen, von dem gefordert wird, daß eine Temperatur bis zu 1200° C zu erreichen und längere Zeit aufrechtzuerhalten ist, daß der Temperaturabfall nach den Enden zu nicht zu stark wird und er innerhalb einer Schwankung von $\pm 10°$ C auf jede gewünschte Temperatur konstant einzustellen ist*. Letzteres ist aber nur durch einen Verschluß des Heizrohres zu erreichen, der Luftströmungen zwischen Heiz- und Verdampfungsrohr ausschaltet. Das Verstopfen der Heizrohrenden ist ein Notbehelf, viel sauberer und haltbarer ist ein Verschluß mit durchbohrten Tonstopfen, die einen über das Heizrohr greifenden Rand und eine zentrale Bohrung für den Durchtritt des Verdampfungsrohres aufweisen**. Sie halten dieses gleichzeitig in der Achse des Heizrohres, so daß es einer wesentlich gleichmäßigeren Erwärmung unterliegt, als es beim einfachen Einlegen in das Heizrohr der Fall sein würde.

Maßgeblich verantwortlich für den Erfolg der Verdampfung ist die Lage des Verdampfungsrohres im Ofen, insbesondere die Stellung der Düse zu

* Mit bestem Erfolg wurde von uns der Marsofen KCS der Fa. Heraeus, Hanau, benutzt, der eine Rohrlänge von 220 mm bei 28 mm Weite aufweist, kurzfristig Höchsttemperaturen von 1250° C aushält und gut regulierbar ist.

** Diese 2—3 cm hohen Stopfen werden aus einem feucht noch gut verformbaren Gemisch von Schamottepulver und Ton geformt, mit einem Korkbohrer passender Weite zentral durchstochen und achsial halbiert. Nach gutem Trocknen werden sie bei Temperaturen von 1000—1100° C gebrannt, wonach sie hart, aber mit einer Feile noch bearbeitbar sind, so daß die beiden jeweils zusammengehörigen Halbzylinder leicht eingepaßt werden können. Zweckmäßig wird in einem Teil vor dem Brennen eine enge Bohrung für den Durchtritt des Thermoelementes angebracht.

seiner Charakteristik. Einen Anhaltspunkt für die experimentell zu ermittelnde günstigste Lage gibt die Abb. 4, in der der Verlauf der Ofentemperatur und die zweckmäßigste Stellung des Rohres für eine Arbeitstemperatur von 1150° C eingetragen sind.

Grundsätzlich muß das Schiffchen mit der Probe im gleichmäßig heißesten Teil des Ofens stehen, aber auch die Düse darf nicht wesentlich kälter sein, sonst kann hier bereits eine mehr oder weniger weitgehende Kondensation schwerflüchtiger Stoffe einsetzen, die nur langsam oder überhaupt nicht wieder verdampfen. Dies gilt vor allem für lange Düsen mit ihrem stärkeren Temperaturgefälle bei hoher Arbeitstemperatur, wie sich durch Verdampfen von ThB-haltigem Blei und Messung der Aktivität der verschiedenen Zonen von Düse und Rohr erweisen ließ.

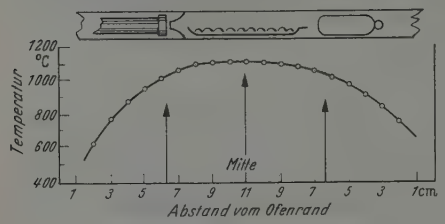

Abb. 4. Ofentemperatur und Lage des Verdampfungsrohres

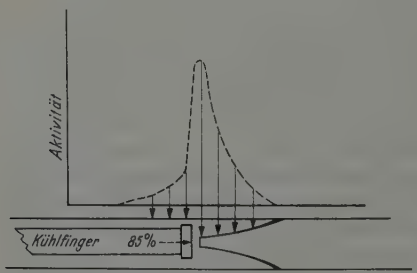

Abb. 5. Verteilung der Aktivität bei zu langer Düse (schematisch)

Etwa 15% der angewandten Aktivität fanden sich nicht auf dem bedampften Käppchen des Kühlfingers, sondern auf der Innenwand der Düse und dem Quarzrohr, verteilt in der in Abb. 5 schematisch gezeichneten Weise. Aus ihm geht deutlich die steile Zunahme zur Düsenöffnung hin, dem kälteren Teile zu, hervor. Überraschend ist das Auftreten einer Aktivität auf der inneren Wandung des Verdampfungsrohres mit einem Maximum in der Höhe des Hütchens und einer schnellen Abnahme zur Rohröffnung hin. Diese Erscheinung ist vielleicht bedingt durch die im kälteren Teil der Düse auftretenden Ärosole, die auf dem Hütchen nicht kondensiert, sondern durch den abprallenden Gasstrom auf die seitliche Wandung geschleudert und dort festgelegt wurden.

Diese Störungen sind bei kurzen Düsen, die heiß genug sind, nicht zu beobachten, hier findet sich die gesamte verdampfte Aktivität auf dem Hütchen wieder.

Maßgeblich für die Ausbildung des Kondensates, die sich für die Sicherheit der spektrographischen Bestimmung von grundlegender Bedeutung erweist, sind die Weite der Düse, der Abstand zwischen Düsenöffnung und Kühlfläche des Fingers und die Strömungsgeschwindigkeit des Gasstromes. Alle drei stehen in bestimmter Beziehung zueinander, die sich bei Verwendung radioaktiver Indicatoren leicht erkennen läßt.

Die nachfolgend mitgeteilten Ergebnisse sind bei Versuchen mit aktivem Bleiisotop ThB erhalten worden; sie sind grundsätzlich auf die Verdampfung anderer Elemente übertragbar, wenn sich auch, bedingt durch die unterschiedlichen Verdampfungstemperaturen, gewisse Abweichungen zeigen dürften.

Die Weite der Düse bedingt die Größe der bedampften Fläche des Hütchens auf dem Kühlfinger, je enger die Düsenöffnung, um so geringer ist die bei sonst gleichen Arbeitsbedingungen bedeckte Fläche und umgekehrt. Um möglichst eng begrenzte Kondensate zu erhalten, muß man mit Düsen von geringer Öffnung arbeiten.

Für die Dichteverteilung im aufgedampften Beschlage bei gleicher Düse ist der Abstand zwischen Düsenöffnung und Kühlfläche maßgebend. Grundsätzlich findet sich in der Mitte des Beschlages die höchste Konzentration, die sich dem Rande zu vermindert. Die Stärke dieses Abfalles ist vom Abstand abhängig. Liegt die Kühlfläche dicht an der Düse, so entsteht ein steiles, zentrales Maximum, bei vergrößerter Entfernung ist dieses verringert, der Abfall zum Rande der etwas größer werdenden Beschlagsfläche wird flacher*.

Für die Vollständigkeit der Kondensation ist auch der Abstand zwischen Düsenmündung und Kühlfinger von Belang, wie Messungen an den bei der Verdampfung von aktivem Blei erhaltenen Kondensaten erwiesen. Steht die Kühlfläche unmittelbar vor der Düse, so werden nur etwa 70% des verdampften Bleis niedergeschlagen, bei einem Abstand von 0,5—1,5 mm erfolgt eine mehr als 99%ige Kondensation, die sich mit wachsendem Abstand verringert und bei 3,0 mm Zwischenraum auf 87% absinkt. Die fehlende Aktivität fand sich auf der Wand des Quarzrohres und der Wandung des Kühlfingers, während im Schiffchen nur ein Rest von weniger als 1% verblieb.

Von größtem Einfluß auf die Schnelligkeit der Verdampfung und die Vollständigkeit der Kondensation ist die Geschwindigkeit des Gasstromes im Verdampfungsrohr über der Probe und in der Düse, wo sie durch die Querschnittsverminderung wesentlich vergrößert ist. Im Interesse der

* Die Messung wurde so vorgenommen, daß ein Bleiblech mit einer Lochblende in Richtung der Diagonalen über dem Kondensat verschoben und die jeweils hindurchgehende Strahlung im Zählrohr gemessen und dann im vergleichbaren Maße aufgetragen wurde.

Schnelligkeit der Verdampfung soll die über die Probe streichende Gasmenge möglichst groß, im Interesse der völligen Kondensation dagegen nur gering sein.

Für Düsen von 2—3 mm Durchmesser liegen die günstigsten Mengen zwischen 100 und 200 ml je Minute, für engere Düsen müssen sie geringer, für weitere können sie größer gewählt werden.

Werden weniger als 100 ml/min Treibgas über die Probe geleitet, so verlängert sich die Verdampfungszeit erheblich, bei mehr als 200 ml/min verringert sie sich wesentlich, aber es erfolgt keine restlose Kondensation des verdampften Elementes auf der Kühlfläche infolge der jetzt zu hohen Geschwindigkeit des aus der Düse austretenden Gasstromes, wobei Verluste von rund 20% beobachtet wurden, sobald die Gasmenge von 200 auf 300 ml/min anstieg.

Infolge der starken Abhängigkeit des Dampfdruckes von der Temperatur ist die gewählte Verdampfungstemperatur von größtem Einfluß auf die zur „völligen" Verdampfung eines Stoffes aus der Probe benötigten Zeit, so daß grundsätzlich die Verdampfung bei möglichst hoher Arbeitstemperatur zu erstreben wäre.

Im Interesse der Haltbarkeit der Geräte, vor allem des Quarzrohres, und aus anderen durch das Verhalten der Probe selbst bedingten Gründen, wird man versuchen müssen, mit möglichst niederen Temperaturen zum Ziel zu kommen und die damit verknüpfte längere Arbeitszeit in Kauf zu nehmen.

Die Vollständigkeit der Verdampfung, d. h. die Entfernung des zu erfassenden Stoffes aus der Probe ist weniger eine Frage der absoluten Menge, noch der Erhitzungstemperatur und der Erhitzungszeit als die der verlangten Nachweisbarkeitsgrenze.

Werden Milligramm-Mengen verdampft und liegt die Nachweisbarkeits- bzw. Fehlergrenze der zu ihrer Erfassung verwandten Reaktion selbst im Bereich von 1 μg, so ist die Verdampfung praktisch als „vollständig" zu betrachten, wenn in der gesamten Probe weniger als 1 μg hinterbleibt. Wird dagegen die Erfassung von Mikrogramm-Mengen mit der Genauigkeit von einigen Nanogrammen verlangt und steht eine mit gleicher Fehlerbreite behaftete Nachweisreaktion zur Verfügung, so ist erst von einer „Vollständigkeit" der Verdampfung zu sprechen, wenn weniger als 1 ng in der gesamten Probe hinterbleibt, d. h. aber, die nicht verdampfte Menge darf im zweiten Falle nur $^1/_{1000}$ von der im ersten Falle zulässigen Menge betragen.

Um dieses durchaus erreichbare Ziel zu verwirklichen, ist eine längere Erhitzungszeit oder höhere Temperatur erforderlich. Beispielsweise sind 100 μg Blei bei 1100° C innerhalb von 30—40 min völlig zu verdampfen, d. h. bis auf 0,5 μg, der Nachweisgrenze der polarographischen Bestimmung. Im gleichen Temperaturgebiet sind 30 ng innerhalb von 90 min dagegen nicht „restlos" verdampft, da bei der wesentlich empfindlicheren Aktivitätsmessung noch 0,5—1% der Aktivität,

entsprechend 0,2—0,5 ng Blei im Schiffchen vorhanden sind, obwohl bereits nach 40 min 97%, entsprechend 29,1 ng verflüchtigt worden sind. Dieser „Rückhalt" der sich nur langsam vermindert, ist vielleicht durch Absorptionserscheinungen auf der recht großen Oberfläche des feinpulvrigen Probegutes zu erklären.

Die Geschwindigkeit der Verdampfung wird von der Korngröße des Probematerials beeinflußt. Stoffe, die bei der Verdampfungstemperatur nicht schmelzen, sollten feingepulvert verwandt werden, um nicht nur den Diffusionsweg aus dem Innern zur Oberfläche zu verkürzen, sondern um vor allem eine möglichst große Oberfläche zu geben, von der die Verdampfung ja erfolgt.

Bei der Prüfung der bei der Verdampfungstemperatur schmelzenden Stoffe wendet man ebenfalls Pulver an, bei Metallen Feilspäne oder feine Schnitzel, die man im Schiffchen soweit wie möglich verteilt, damit nur kleine Schmelzkugeln entstehen, deren Zusammenfließen unter Umständen durch Aufstreuen indifferenter Pulver wie Kohle oder Aluminiumoxyd zu unterbinden ist.

Liegen Verbindungen vor oder besteht die Möglichkeit zu ihrer Bildung während der Verdampfung, so können diese einen wesentlich geringeren Dampfdruck als die Komponenten aufweisen, wodurch die Verdampfung erschwert oder sogar praktisch unmöglich werden kann. In manchen solcher Fälle kann durch geeignete Zuschläge eine Zerlegung und Verdampfung erzwungen werden, in anderen kann der Wechsel des Treib- bzw. Reaktionsgases zum Erfolg führen. Für solche Fälle sind allgemein gültige Angaben kaum möglich, die erforderlichen Unterlagen können nur durch entsprechende Versuche gewonnen werden.

Vollständige Trennung zweier im Dampfdruck relativ weit auseinanderliegender Stoffe sind im Nanogramm-Gebiet nicht zu erwarten.

Der leichter flüchtige wird wohl vollständig verflüchtigt, aber er ist immer begleitet von jetzt auch merklich werdenden Mengen der schwerflüchtigen Hauptbestandteile, so daß im Sublimat nur eine wenn auch nicht weitgehende Verschiebung im Mischungsverhältnis beider zugunsten der bei der Arbeitstemperatur leichter flüchtigen Bestandteile eintreten wird. Liegt z. B. in der Probe ein Verhältnis beider von $1:10^7$ vor, so kann im Sublimat sich ohne weiteres ein solches von 1:1, ja sogar 100:1 oder mehr finden.

Diese Tatsache ist bei der Wahl des Nachweis- und Bestimmungsverfahrens für den flüchtigeren Stoff zu beachten, der außerdem von anderen, ebenfalls in Nanogramm-Mengen in der Probe auftretenden flüchtigen Stoffen begleitet sein kann, die ebenfalls Störungen bedingen können, sobald sie unbeachtet bleiben.

Die notwendigen Treib- und Reaktionsgase werden Bomben entnommen und können in fast allen Fällen ohne besondere Reinigung und Trocknung verwendet werden, nachdem sie durch eine mit geringen Mengen einer

geeigneten Flüssigkeit beschickte, als Blasenzähler wirkende Waschflasche und einen einfachen Strömungsmesser geleitet sind, die eine genügende Kontrolle des Gasstromes im Verdampfungsrohr gewährleisten. Ist in Sonderfällen die Reinigung des Gases erforderlich, so muß sie außerordentlich weitgehend sein, denn selbst Spuren einer störenden Verunreinigung sind im Vergleich zu Nanogrammen bei dem reichlichen Gasverbrauch erhebliche Mengen.

Zur Aufnahme des Probegutes dienen Schiffchen solcher Länge, daß sie vollständig im heißesten Ofenteil stehen können, wie Abb. 4 (S. 416) zeigt. Verwendet wurden Schiffchen aus unglasiertem Hartporzellan*, Korund oder bei Verdampfung im Wasserstoffstrom auch solche, die aus einem Stabe reinster Spektralkohle gefräst waren. Sämtliche Schiffchen enthalten merkbare Mengen an flüchtigen Stoffen, die durch längeres Ausheizen im Gasstrom bei 1150° C entfernt werden müssen. Ergibt eine anschließende Blindverdampfung ihre Brauchbarkeit, so sind sie staubsicher aufzubewahren und niemals mit den Fingern unmittelbar anzufassen. Bei der Untersuchung nicht schmelzender Proben sind sie nach der Verdampfung durch einfaches Ausschütten von der Hauptmenge des Untersuchungsmateriales zu befreien und ungeachtet geringer, haftenbleibender Reste sofort zur nächsten Verdampfung verwendbar.

Die praktische Durchführung der Verdampfung

Unter Berücksichtigung der vorstehenden Ausführung wird die Verdampfung nach folgender, *allgemein gültiger Arbeitsvorschrift* durchgeführt.

In das trockne Verdampfungsrohr wird das mit der Probe beschickte Schiffchen bis dicht vor die Düse eingeführt und durch Einschieben des Strömungskörpers der eigentliche Verdampfungsraum begrenzt. Dann wird mittels Gummistopfens das Rohr an die Gaszuleitung geschlossen und im Ofen in die richtige Lage eingeführt, nachdem die Luft durch das Treib- bzw. Reaktionsgas verdrängt ist. Der Ofen wird eingeschaltet und der Gasstrom auf die richtige Stärke eingestellt, sobald der mit Abstands- und Zentrierring versehene Kühlfinger eingeschoben ist, wobei der richtige Abstand zwischen Düsenrand und Kondensationsfläche gewahrt sein muß. Ebenso wird die Kühlung für den Finger in Gang gebracht.

Nach Erreichung der erforderlichen Ofentemperatur, gemessen mit dem mit der Lötstelle zwischen Verdampfungs- und Heizrohr an der Stelle der Schiffchenmitte liegenden Thermoelement, wird die Verdampfung bei gleichbleibendem, zwischen 150—250 ml/min liegendem Gasstrom in 20—35 min durchgeführt.

Danach wird der Ofen abgeschaltet, Gasstrom und Kühlung werden aber in gleicher Stärke aufrechterhalten. Nach hinreichender Abkühlung wird der Kühlfinger herausgezogen, von der eigentlichen Kühlvorrichtung getrennt und senkrecht in der Bohrung eines Brettes stehend bis zur Weiterverarbeitung zur Seite gestellt und zum Staubschutz mit einer Glas- oder Kunststoffglocke bedeckt.

* Glasierte Schiffchen sind völlig unbrauchbar. Abgesehen von einer Schädigung des Verdampfungsrohres an den Berührungsstellen, geben sie meistens dauernd flüchtige Metallspuren ab und verkleben mit dem Probegut.

Nach der Drosselung des Gasstromes wird das Verdampfungsrohr aus dem noch heißen Ofen gezogen und an der Luft erkalten lassen, worauf Strömungskörper und Schiffchen herausgenommen und das Rohr mit einer neuen Probe beschickt werden kann.

Bei Reihenuntersuchungen läßt man den Ofen nicht zu weit abkühlen, sondern man zieht das Rohr aus dem noch glühenden Ofen heraus, nachdem zunächst die oberen Hälften der Verschlußstopfen abgenommen sind, führt sofort ein neu beschicktes Rohr in den Ofen wieder ein und verschließt das Heizrohr mit den Stopfenhälften.

Auch bei Verwendung brennbarer Gase ist der Rohrwechsel gefahrlos, wenn für völlige Verdrängung der Luft aus dem Verdampfungsrohr gesorgt und das Rohr schnell eingesetzt wird. Die aus der Rohrmündung brennende kleine Flamme wird durch Aufdrücken einer Asbestplatte und Ausblasen gelöscht und der Kühlfinger, dessen Kühlung bereits läuft, schnell eingesetzt.

Auch bei verhältnismäßig leicht flüchtigen Elementen besteht die Gefahr von Verlusten durch Verdampfung aus der sich erwärmenden Probe bei schnellem Arbeiten nicht, wie die Ergebnisse der Praxis erweisen.

Danach wird zur Verdampfungstemperatur aufgeheizt und die Verdampfung durchgeführt.

Der Nachweis der verdampften Stoffe

Soll der Nachweis und die Bestimmung auf chemischem Wege erfolgen, so ist die Verdampfung im ausgezogenen Rohr oder im Düsenrohr mit Quarzkühlfinger vorgenommen worden.

Aus dem ausgezogenen Rohr wird das Sublimat durch Eintropfen von Säure und Nachwaschen mit Wasser entfernt unter Beachtung der bereits angeführten Vorsichtsmaßnahmen.

Wird der Quarzkühlfinger zur Kondensation benutzt, so wird von ihm das Kondensat durch Einstellen des Fingers in ein nur wenige Millimeter weiteres, mit Lösungsmittel beschicktes Glasgefäß gelöst. Die Menge an Lösungsmittel kann sehr gering bemessen werden, wenn bei schräg gehaltenem Gefäß durch Drehen des Fingers für eine allseitige Berührung der Kondensationsfläche gesorgt wird. Nach der Ablösung des Kondensates wird mit wenig Wasser abgespült. und wenn erforderlich, Lösung und Waschwasser im gleichen Gefäß eingeengt bzw. durch völliges Eindampfen vom Säureüberschuß befreit.

War die spektrographische Prüfung des Kondensates beabsichtigt, so erfolgte die Verdampfung unter Verwendung des Metallfingers mit aufgesetztem Käppchen, der nunmehr direkt als Elektrode unter Berücksichtigung der nachstehend aufgeführten Gesichtspunkte Verwendung fand.

Als Gegenelektrode dient ein 8 mm starkes, etwa 50 mm langes Messingstäbchen, das an einer Stirnseite zu einer Kugelfläche abgedreht ist, die einem Kugelradius von 25 mm entsprechen würde. Er trägt ebenfalls eine Metallkappe, die der Kugelfläche entsprechend gestanzt wurde, wobei zweckmäßig das gleiche Metall wie für die Kappe des Kühlfingers zur Anwendung kommt.

Die Anregung der Spektren erfolgte in einer gesteuerten, kondensierten Funkenentladung von 12 KV, wie sie von einem Feußnerschen Funkenerzeuger geliefert wird.

Die für den Nachweis eines Elementes besondere Kapazität und Selbstinduktion schwankt und muß besonders ermittelt werden. Im allgemeinen wurde mit Kapazitäten von etwa 3000 pF und einer Induktivität von rd. 0,8 H gearbeitet und der Funkenübergang zwischen den Elektroden durch eine geringe Menge einer auf der Kappe der Gegenelektrode eingedunsteten Salzlösung erleichtert.

Zur Aufnahme der Spektren stand der Fueßsche Quarzspektrograph 110 M zur Verfügung, dessen Dispersion sich als völlig ausreichend erwies. Die Aufnahmen erfolgten bei einer Spaltbreite von 12 μ auf Adox-Doku-Pan-Film oder auf Adox KB 14 der Adox Fotowerke Dr. C. Schleußner G. m. b. H., Frankfurt/Main, bei einer Belichtungszeit von $^1/_2$—1 min.

Bei günstig gewählten Arbeitsbedingungen konnten mit unserer Versuchsanordnung für verschiedene, verdampfbare Elemente Nachweisempfindlichkeiten erreicht werden, die sich zwischen 0,5—5 ng bewegten.

Von Aufnahme zu Aufnahme zeigen sich bei gleichen Mengen erhebliche Schwankungen in der Intensität der auftretenden Linien, die, wie Versuche mit aufgedampftem radioaktivem Blei erweisen, allein durch Vorgänge beim Abfunken bedingt sind, und die sich durch Ausmessung der Aktivitäten besser erkennen lassen, als durch eine alleinige Beurteilung der Intensität der auftretenden Spektrallinien.

Die Spektralaufnahme eines mit 30 ng aktiven Bleis bedampften Hütchens ergab bei 90 sec Belichtungszeit ein ausgezeichnetes Bleispektrum, wobei das Blei weitgehend verdampft zu sein schien, da ein mit den gleichen Elektroden anschließend unter gleichen Bedingungen aufgenommenes Spektrum nur schwach die stärksten Bleilinien zeigte.

Überraschenderweise ergab die Aktivitätsmessung dagegen an beiden Elektrodenkappen recht hohe Werte, die vermuten ließen, daß noch erhebliche, im Funken nicht mehr anregbare Bleimengen vorhanden sein mußten.

Diese Annahme konnte dadurch bestätigt werden, daß die beiden Elektrodenkappen der Verdampfungsanalyse unterworfen wurden. Das neu bedampfte Hütchen zeigte nicht nur die erwartete Aktivität, sondern ergab bei der anschließenden spektrographischen Prüfung ein Bleispektrum, das nur wenig schwächer als das zuerst erhaltene ausfiel.

Daraufhin durchgeführte systematische Prüfungen an 15 mit jeweils 30 ng bedampften Aluminiumkappen ergaben, daß beim Abfunken nach 60 sec Dauer sich folgende Verteilung der Anfangsaktivität auf beiden Elektroden einstellte: Auf dem bedampften Käppchen verblieb eine zwischen 56 und 72% schwankende Menge, auf der Gegenelektrode fanden sich zwischen 16 und 25%, während 10—25% verloren, d. h. verdampft und fortgeführt waren*.

Die beobachteten Schwankungen erklären sofort die Unterschiede der Intensität der anfallenden Spektrogramme.

Von besonderem Interesse erschien der Vergleich der Änderung der Aktivität einer mit radioaktivem Blei bedampften Elektrode mit der Abnahme der Intensität einer Linie im entsprechenden Spektrogramm im Verlaufe des gesamten Abfunkvorganges.

Zu dem Zwecke wurde die Aktivität des mit 100 ng Blei bedampften, als Elektrode eingesetzten Hütchens nach einer Abfunkzeit von 10 sec

* Eine eingehende Behandlung der beobachteten Vorgänge wird später an anderer Stelle erfolgen.

gemessen ebenso wie die der Gegenelektrode. Nach der Messung wurden beide wieder als Elektroden eingesetzt, nochmals 10 sec abgefunkt und gemessen, was im ganzen 9 mal wiederholt wurde. Die gemessenen Aktivitäten wurden nach den für den Aktivitätsabfall erforderlichen Korrekturen in Prozenten des Anfangswertes berechnet und die Ergebnisse in Abb. 6 graphisch dargestellt.

Der Abfall der Intensität der Bleilinien in den nacheinander aufgenommenen, jeweils 10 sec belichteten Spektrogrammen, wurde durch Vergleich mit den Linien einer „Addink-Skala[1]“ ermittelt, und die sich ergebenden Zahlen unmittelbar als Maßstab für die Intensität eingesetzt.

Aus den beobachteten Werten ergab sich dann die ebenfalls im Bild in Abhängigkeit von der gesamten Abfunkzeit dargestellte Abfallkurve der Intensität.

Aus der Abnahme der Linienintensität wäre auf ein sehr weitgehendes, nahezu völliges Verdampfen des aufgedampften Bleis von der Elektrode zu schließen, während die Aktivitätsmessungen das Gegenteil erweisen. Wirklich verdampft sind etwa 22%, der Rest findet sich zu 18,5% auf der Gegenelektrode und noch 55,8% sind auf der Kühlfläche verblieben. Trotzdem werden bei weiterem Abfunken praktisch keine Bleilinien mehr im Spektrogramm erhalten, was nur so zu erklären ist, daß der übergehende Funke die gleichen Einschlagstellen auf den beiden Elektroden bevorzugt. Damit hört die Verdampfung von Blei aber auf, sobald das in unmittelbarer Nachbarschaft der Einschlagstelle liegende Metall verdampft ist.

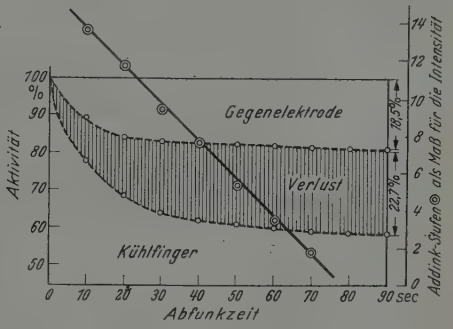

Abb. 6. Verteilung der Aktivität auf den Elektroden und Abnahme der Intensität einer Spektrallinie beim Abfunken

Werden anstatt der Aluminiumkäppchen solche aus Platinblech angewandt, so liegen grundsätzlich die gleichen Verhältnisse vor, jedoch ist der Abfunkeffekt günstiger und auf ihnen hinterbleiben etwa 20% aufgedampftes Metall, die sich der Anregung entziehen würden.

Trotz der angedeuteten Schwierigkeiten ist die Spektrographie zum Nachweis und der Mengenschätzung kleinster Mengen hier zu empfehlen. Die Sicherheit der Bestimmung auch bei gleichzeitiger Mitverdampfung eines geeigneten Standards, darf freilich nicht höher als mit 15—25% eingeschätzt werden und bei einigen Nanogrammen sogar nur mit 25—50%,

selbst dann, wenn durch peinliche Innehaltung der Bedingungen beim Verdampfen des Materials und der spektrographischen Aufnahme für möglichst übereinstimmende Verhältnisse gesorgt ist.

Die Verarbeitung von Lösungen

Durch Verdampfungsanalyse sind auch Stoffe in geringster Konzentration in reiner wäßriger Lösung oder bei Gegenwart eines großen Überschusses wasserlöslicher Salze aller Art zu erfassen.

Es ist nur erforderlich, den gesuchten Stoff durch Mitfällung eines geeigneten „Trägers" zur Abscheidung zu bringen, von dem er dann leicht verdampft und zum Nachweis gebracht werden kann.

Die für den Einzelfall geeigneten „Träger" und Fällungsreaktionen sind nach der in der Radiochemie vorliegenden Unterlagen meist leicht auszuwählen. Zusätzlich zu beachten ist, daß der Träger möglichst glühbeständig sein muß und auch unter Einwirkung des Reaktions- bzw. Treibgases keine störenden flüchtigen Stoffe abgeben darf. Dagegen ist die Berücksichtigung seiner Löslichkeit nicht erforderlich, da die Verdampfung auch aus „unlöslichen" Niederschlägen möglich ist.

Die Durchführung der Abtrennung eines Spurenbestandteiles durch Konzentrationsfällung ist durchweg recht einfach. Nach Zusatz der angemessenen Menge an Trägerlösung wird die für die Fällung von Träger und nachzuweisendem Stoff günstigste Bedingung eingestellt, die Fällung durchgeführt und der Niederschlag in üblicher Weise abgetrennt und ausgewaschen. Nach dem Trocknen bei 100—150° C wird die Verdampfung mit dem Niederschlag durchgeführt. Da hierbei die Anwesenheit von Filterpapier stören würde, ist eine Abtrennung vom Filter vor der Verdampfung erforderlich, die zu vermeiden ist, wenn die Filtration der gefällten Lösung durch ein Asbestfilter erfolgt, das als nicht zu dünnes Polster auf einer durchlochten Porzellanfilterplatte in einem Glasfilterrohr liegt.

Nach Beendigung der Filtration werden Filterplatte mit Polster und Niederschlag durch einen in das Abflußrohr des Filterrohres eingeschobenen Glasstab auf ein kleines Uhrglas herausgeschoben, dort getrocknet und anschließend, freilich ohne die Siebplatte, in das Verdampfungsschiffchen überführt. Die Verdampfung selbst wird in üblicher Weise vorgenommen.

Bei der Durchführung einer Konzentrationsfällung kann unter Umständen eine „Nachfällung" im Filtrat erforderlich werden, um den abzutrennenden Stoff wirklich restlos zu erfassen.

Ist eine unmittelbare Abtrennung des gesuchten Stoffes durch eine geeignete Konzentrationsfällung nicht durchführbar, so können auch andere Abtrennungsverfahren, vor allem die Extraktion mit organischen Lösungsmitteln in den verschiedensten Variationen erfolgreich angewandt werden.

Aber auch hier empfiehlt sich die Abscheidung aus dem Extrakt durch eine Konzentrationsfällung zur Verdampfung und den Nachweis in dem bei der Verdampfung erhaltenen Sublimat zu führen, da dieses wesentlich empfindlicher ausfällt, als wenn der Eindampfungsrückstand des Extraktes unmittelbar geprüft werden würde.

Leistungsfähigkeit des vorgeschlagenen Verfahrens

Einen allgemeinen Eindruck von der Leistungsfähigkeit des geschilderten Arbeitsverfahrens soll die Tab. 1 vermitteln, in der einige Ergebnisse aufgeführt sind, die den Einzeluntersuchungen meiner Mitarbeiter entnommen wurden.

Tabelle 1. *Leistungsfähigkeit der Verdampfungsanalyse*

	Element	Probematerial	Einwaage in g	Gefundener Gehalt in ng bzw. µg	Gefundener Gehalt in Prozent der Einwaage
Direkte Verdampfung	Tl	Braunstein	0,55	9 ng	$1{,}6 \cdot 10^{-6}$
	Tl	Lepidolith	0,002	380 ng	$1{,}9 \cdot 10^{-2}$
	Tl	Schiefer	0,41	55 ng	$1{,}2 \cdot 10^{-5}$
	Cd	Zinkoxyd, rein	0,73	1500 ng	$2{,}1 \cdot 10^{-4}$
	Cd	Zinkblende	0,70	46 µg	$6{,}6 \cdot 10^{-3}$
	In	Lösung auf Al_2O_3, entspr. 8,5 ng Cd	0,50	8 ng	$1{,}6 \cdot 10^{-6}$
	In	Erz	0,50	50 ng	$1 \cdot 10^{-5}$
	Pb	Lösung auf Al_2O_3, 30 ng Pb	0,15	29,4 ng	$2 \cdot 10^{-5}$
	Pb	Staub	0,010	4,0 µg	$4 \cdot 10^{-2}$
	Pb	Kupfer	0,008	265 ng	$3{,}4 \cdot 10^{-3}$
Verdampfung nach Konzentrationsfällung	Tl	H_2O-Lösung, 10 ng Tl	250	9—11 ng	$4 \cdot 10^{-9}$
	Tl	Kaliumchlorid	1,00	450 ng	$4{,}5 \cdot 10^{-5}$
	Tl	Tabak	1,45	85 ng	$6 \cdot 10^{-6}$
	Tl	Wurst + 10 ng Tl	1,00	9 ng	$9 \cdot 10^{-7}$
	Pb	H_2O + 30 ng Pb	150	34 ng	$2{,}3 \cdot 10^{-8}$
	Pb	H_2O blind	200	6 µg	$3 \cdot 10^{-9}$
	Pb	Filterpapier	2,65	5,7 µg	$2 \cdot 10^{-4}$

Diese Zahlen dürften ohne weitere Erörterungen ausreichen, um zu erweisen, daß das im vorstehenden allgemein geschilderte Arbeitsverfahren eine wertvolle Ergänzung der analytischen Technik bildet und Bestimmungen einzelner Elemente in Größenordnungen zuläßt, die nach üblichen Analysenverfahren sehr schwierig bzw. überhaupt nicht zu erfassen sind.

Zudem ist es, wie aus den in einer späteren Veröffentlichung ausführlich mitzuteilenden Bestimmungsverfahren für einzelne Elemente hervorgehen wird, schnell und sicher in der Durchführung und weitgehend frei von den Gefahren der Einschleppung von störenden Verunreinigungen.

Zusammenfassung

Es werden die allgemeinen Grundlagen eines für die Bestimmung einer Anzahl leicht flüchtiger Elemente geeigneten Analysenverfahrens mitgeteilt, bei dem ein flüchtiger Stoff durch Verdampfung im Gasstrom abgetrennt wird, und die Bestimmung im kondensierten Sublimat erfolgt.

Für die Bestimmung kleinster Mengen wird ein spektrographisches Verfahren verwandt, bei dem die auf einer zweckmäßig gebauten Elektrode direkt niedergeschlagenen Sublimate in einer kondensierten Funkenentladung geprüft werden, wobei Mengen von Nanogrammen erkannt und geschätzt werden können, die aus Einwaagen bis zu mehreren Grammen abgetrennt sind.

Durch Konzentrationsfällung auf geeigneten Trägern, von denen eine Verdampfung möglich ist, können auch Lösungen auf ihren Gehalt an flüchtigen Stoffen geprüft werden, wobei einige Nanogramme im Volumen von ½ l und mehr zu erfassen sind.

Die vorstehenden Untersuchungen wurden durch Überlassung von Apparaturen durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft und Mitteln seitens des Verbandes der chemischen Industrie unterstützt.

Literatur

[1] Addink, N. W. H.: Spectrochim. Acta **4**, 36 (1950/52); vgl. auch diese Z. **151**, 196 (1956). — [2] Geilmann, W., u. R. Neeb: Angew. Chem. **67**, 26 (1955); vgl. diese Z. **148**, 388 (1955/56); und diese Z. **154**, 418 (1957). — [3] Junghähnl, G.: Chem. Techn. **8**, 588 (1956). — Töpelmann, H.: Phys. Methoden der anal. Chem. Teil 3 (1930), hier auch weitere Lit.-Angaben.

Prof. Dr. W. Geilmann, Mainz, Saarstraße 21

Department of Chemistry, Andhra University, Waltair (India)

Separation of Lanthanum from other Cerite Earths excluding Cerium

By

P. Jayarama Reddy, D. V. N. Sarma and Bh. S. V. Raghava Rao

(Eingegangen am 6. Dezember 1957)

Attempts have been made to separate lanthanum from its cogeners by making use (a) of its greater basicity[4] and (b) differences in solubility (technique of fractional crystallisation) of its double salts with magnesium, zinc, cadmium etc.[3]. The controlled precipitation of the chromate may be availed of and a procedure for its recovery from monazite extracts is described in this communication. It may be recalled that potassium chromate has formerly been employed for the recovery of thorium[2] from the cerite earths as well as the separation of yttrium[1] from terbium and gadolinium.

Experimental

Solutions and Reagents

Lanthanum Nitrate Solution was prepared from specpure lanthanum oxide and redistilled nitric acid. The stock solution contained 0.0436 g of La_2O_3 in 10 ml.

Cerite Earth Solution, free of Lanthanum and Cerium. Cerite earth carbonate (from Indian Rare Earths Ltd., Alwaye) was treated as follows: The carbonate was dissolved in a minimum quantity of hydrochloric acid, the solution was neutralised and diluted suitably. Ceria was removed by double precipitation with potassium bromate. The remaining rare earths were first precipitated as oxalates in dilute acid solution. The oxalates were then brought into solution with nitric acid and the greater part of the heavier rare earths was precipitated with magnesia. The heavy rare earths were collected, dissolved and reprecipitated. The second precipitate was then freed from magnesia by double precipitation with oxalic acid and converted into nitrates. Qualitative tests showed the absence of lanthana as well as ceria in the material. A spectrophotometric analysis of the material indicated the following composition: Pr 18.75%; Nd 57.50%; Sm 12.50%; Eu 0%; Gd 6.25%; Dy 3.00%. These values are to be considered only approximate and are only indicative of the relative abundances. The stock solution contained 0.0580 g of oxide (not corrected for the higher oxygen content of praseodymia).

Potassium Chromate. G. R. Merck, one percent solution in redistilled water.

Sodium Acetate of similar grade as one percent solution.

Freshly distilled Ammonia and *Acetic Acid* for adjustment of p_H.

p_H-Measurements were made on a Beckman model G meter using a calomel glass electrode couple.

Procedure

The monazite extract on the removal of thoria and ceria is made neutral, and the major part of other earths is removed by precipitation with magnesia. The magnesium is removed by the precipitation of the rare earth oxalates, which are converted to the oxides and the oxides are then taken up with hydrochloric acid. The solution is then diluted so as to contain not more than 0.05 g of lanthana in a volume of 10 ml. To 10 ml of such solution 40 ml of one percent sodium acetate solution followed by 40 ml of one percent potassium chromate solution are added. The p_H value is adjusted to 5.7 and the solution diluted to about 100 ml. The mixture is digested on the water bath for 60 minutes, with continuous stirring using a mechanical stirrer, allowed to cool, filtered through Whatman-paper No. 42 and washed free from chromate with water of p_H 5.7.

The chromate precipitate is then dissolved by runnig 0.05N nitric acid several times through the filter and finally washing with water. The filtrate and washings are evaporated to a small volume, about 20 ml. The acid is neutralised with dilute potassium hydroxide solution and the p_H is adjusted to 5.7. The precipitation of the chromate is repeated employing the same amounts of chromate and acetate. The well-washed precipitate is now dissolved in dilute hydrochloric acid and the lanthanum is determined as oxide after a double precipitation with oxalate.

The results are shown in Table 1 (p. 428).

The successful separation of lanthanun from other ceria-free earths appears to depend in a complex manner on the following factors and requires in addition to careful control a second precipitation: (a) p_H, (b) ratio of lanthana to other oxides, (c) amount of the precipitant in

relation to the quantity of lanthana as well as other rare earth oxides, (d) degree of dilution of the solution, and (e) time of digestion of the precipitate.

Table 1. *Double Precipitation of Lanthana with Chromate*
Volume of solution: 100 ml; time of digestion: 60 min; lanthana taken: 0.0436 g; other cerite earths added: 0.0580 g; p_H 5.7

No.	Lanthana on first precipitation g	Lanthana on second precipitation g
1	0.0495	0.0436
2	0.0496	0.0435
3	0.0496*	0.0436
4	0.0497	0.0437
5	0.0496	0.0436

* This precipitate on spectrophotometric analysis gave approximately Pr_2O_3: 0.0031 g; Nd_2O_3: 0.0044 g; and Sm, Eu, Gd and Dy: no evidence.

The influene of various factors on the precipitation of lanthanum is shown in the Tables 2 to 5 (lanthana taken 0.0436 g; other rare earth oxides 0.0580 g).

Table 2. *Influence of p_H on the Precipitation of Lanthanum and other Earth Elements, separated by Potassium Chromate*

p_H	Weight of lanthana recovered g	Difference mg	other rare earths	Difference mg
5.2	no ppt.	—	no ppt.	—
5.4	0.0213	— 22.3	no ppt.	—
5.5	0.0428	— 0.8	no ppt.	—
5.6	0.0435	— 0.1	no ppt.	—
5.7	0.0437	+ 0.1	no ppt.	—
6.1	0.0437	+ 0.1	no ppt.	—
6.2	0.0436	—	0.0145	— 43.5
6.5	0.0436	—	0.0231	— 34.9
6.75	0.0437	+ 0.1	0.0353	— 22.7
7.02	0.0437	+ 0.1	0.0581	+ 0.1

Table 3. *Influence of Volume of Solution on the Precipitation of Lanthanum and other Rare Earth Chromates*

Total volume	Lanthanum ppt. at p_H 5.7	Difference mg	Other rare earths ppt. at p_H 6.75	Difference mg
150	0.0312	— 12.4	0.0257	— 32.3
125	0.0403	— 3.3	0.0312	— 26.8
100	0.0436	—	0.0353	— 22.7

Table 4. *Influence of Time of Digestion*
Total volume: 100 ml in each case

Time min	Lanthanum ppt.	Difference mg	Other rare earths ppt.	Difference mg
15	0.0017	— 41.9	nil	—
30	0.0181	— 25.5	0.0112	— 46.8
45	0.0334	— 10.2	0.0287	— 29.3
60	0.0436	—	0.0351	— 22.9
75	0.0435	— 0.1	0.0353	— 22.7

Table 5. *Separation of Lanthanum; Influence of* p_H

p_H	Lanthanum obtained g	Difference mg	Colour of oxide residue
5.40	0.0312	— 12.4	white
5.55	0.0485	+ 4.9	very pale brown
5.70	0.0495	+ 5.9	pale brown
5.80	0.0501	+ 6.5	light brown

Summary

Employing the differences in p_H for the precipitation of chromates of the lanthanons, lanthanum has been successfully separated from the rest of the family. Cerium however should be absent. A p_H of 5.7 is best suited.

References

[1] EGAN, J. E., and C. W. BALKE: J. Amer. chem. Soc. **35**, 365 (1913); cf. Z. analyt. Chem. **53**, 344 (1914). — [2] MCCOY, H. N., and W. H. ROSS: J. Amer. chem. Soc. **29**, 1709 (1907). — [3] PRANDTL, W., and J. RAUCHENBERGER: Z. anorg. allg. Chem. **120**, 120 (1922); cf. Z. analyt. Chem. **63**, 256 (1923). — [4] TRAUBE: C. R. Acad. Sci. **215**, 439 (1942).

Prof. Dr. Bh. S. V. RAGHAVA RAO, Department of Chemistry, Andhra University, Waltair (India)

Panjab University College, Hoshiarpur (India)

Sodium Hypochlorite as Volumetric Reagent

I. Determination of Organic Derivatives of Hydrazine

By

B. SINGH, S. S. SAHOTA and S. SINGH

(Eingegangen am 9. Dezember 1957)

It is believed that because sodium hypochlorite is a highly reactive substance, it is too unstable to be used as a standard titrimetric reagent. JELLINEK and KRESTEFF[3] have used sodium hypochlorite for the determination of arsenious chloride, stannous chloride and antimonous chloride, and have also estimated arsenic and antimony in their alloys.

Goldstone and Jacobs[2] recommended the use of alkaline sodium hypochlorite solution as a titrimetric reagent for microanalytical work. They have shown that the chlorometric determinations can be made at room temperature with accuracy and sharpness of end point, using methyl orange as an indicator. Kitchener et al.[5] have investigated the oxidising properties of alkaline sodium hypochlorite. The reagent has been found stable to boiling and gives quantitative oxidation of sulphide to sulphate:

$$4\,ClO^- + S^{2-} = 4\,Cl^- + SO_4^{2-}$$

Erdey and Buzás[1] have used 0.1 N sodium hypochlorite solution in redox titrations for the estimation of arsenious oxide, hydrazine sulphate, tartar emetic and sodium thiosulphate, employing luminol as an indicator. As no suitable indicator could be found for volumetric estimation of tripositive antimony with alkaline sodium hypochlorite, Khatun and Khundkar[4] have developed a potentiometric method for determination of the antimony at temperatures above 75° C.

B. Singh et al.[7] have used potassium metaperiodate, sodium metavanadate, chloramine-B, chloramine-T and diethylenetetraammonium sulphatocerate for the oxidation of hydrazine to nitrogen and water with a four-electron change.

$$N_2H_4 + 2\,O = N_2 + 2\,H_2O$$

McBride, Henry and Skolnik[6] have shown that hydrazino group in monosubstituted hydrazines, their hydrazones and acetyl derivatives is oxidised with a four-electron change to nitrogen with potassium iodate in both hydrochloric and sulphuric acid solutions. The reduction of iodate takes place to iodine monochloride in hydrochloric acid and to iodine in sulphuric acid.

$$N_2H_5^+ + IO_3^- + H_3O^+ + Cl^- = ICl + N_2 + 4\,H_2O$$

$$5\,N_2H_5^+ + 4\,IO_3^- = 5\,N_2 + 11\,H_2O + H_3O^+ + 2\,I_2$$

The nature and proportions of the end-products of the oxidation of hydrazine and its derivatives vary with the specific nature and the oxidation-reduction potential of the oxidising system and with the p_H of the medium.

In the present study sodium hypochlorite has been used for the volumetric determination of *semicarbazide hydrochloride*, *phenylhydrazine hydrochloride*, *benzalazine*, *benzalsemicarbazone*, *o-chlorobenzalsemicarbazone*, *acetonesemicarbazone*, *aminoguanidine hydrochloride*, *thiosemicarbazide*, *o-hydroxybenzalsemicarbazone*, *3,4-methylene dioxybenzalsemicarbazone* and *p-methoxybenzalsemicarbazone*. In presence of hydrochloric acid these derivatives of hydrazine react with sodium hypochlorite in accordance with the equations:

$2\,ClO^- + NH_2CONH \cdot NH_2 = 2\,Cl^- + NH_3 + N_2 + CO_2 + H_2O$

$2\,ClO^- + C_6H_5NH \cdot NH_2 = 2\,Cl^- + C_6H_5OH + N_2 + H_2O$

$2\,ClO^- + (C_6H_5CH{:}N\text{-})_2 = 2\,Cl^- + 2\,C_6H_5CHO + N_2$

$2\,ClO^- + C_6H_5CH{:}N \cdot NHCONH_2 = 2\,Cl^- + C_6H_5CHO + NH_3 + N_2 + CO_2$

$2\,ClO^- + Cl \cdot C_6H_4CH{:}N \cdot NHCONH_2 = 2\,Cl^- + Cl \cdot C_6H_4CHO + NH_3 + N_2 + CO_2$

$2\,ClO^- + (CH_3)_2C{:}N \cdot NHCONH_2 = 2\,Cl^- + (CH_3)_2CO + NH_3 + N_2 + CO_2$

$2\,ClO^- + HN{:}C(NH \cdot NH_2)NH_2 = 2\,Cl^- + HN{:}C(OH)NH_2 + N_2 + H_2O$

$5\,ClO^- + NH_2CSNH \cdot NH_2 = 5\,Cl^- + NH_3 + N_2 + CO_2 + SO_2 + H_2O$

$2\,ClO^- + HO \cdot C_6H_4CH{:}N \cdot NHCONH_2 = 2\,Cl^- + HO \cdot C_6H_4CHO + NH_3 + N_2 + CO_2$

$2\,ClO^- + CH_2O_2C_6H_3CH{:}N \cdot NHCONH_2 = 2\,Cl^- + CH_2O_2C_6H_3CHO + NH_3 + N_2 + CO_2$

$2\,ClO^- + CH_3O \cdot C_6H_4CH{:}N \cdot NHCONH_2 = 2\,Cl^- + CH_3O \cdot C_6H_4CHO + NH_3 + N_2 + CO_2.$

Experimental

The organic derivatives of hydrazine were prepared by well known methods. Sodium hypochlorite (0.10 N) was prepared by passing chlorine into 0.40 N sodium hydroxide, boiled and finally standardised by an iodometric method according to KITCHENER et al[5].

Table 1. *Titration of Organic Derivatives of Hydrazine with 0.10 N Sodium Hypochlorite*

Organic derivatives of hydrazine titrated	Weight of the hydrazine derivative	
	taken g	found g
$NH_2CONH \cdot NH_2 \cdot HCl$	0.0154	0.0153
	0.0430	0.0429
$C_6H_5NH \cdot NH_2 \cdot HCl$	0.0182	0.0180
	0.0524	0.0524
$(C_6H_5CH{:}N)_2$	0.0352	0.0351
	0.0892	0.0890
$C_6H_5CH{:}N \cdot NHCONH_2$	0.0304	0.0302
	0.0645	0.0644
$Cl \cdot C_6H_4CH{:}N \cdot NHCONH_2$	0.0358	0.0358
	0.0750	0.0751
$(CH_3)_2C{:}N \cdot NHCONH_2$	0.0234	0.0235
	0.0520	0.0522
$NH{:}C(NH \cdot NH_2)NH_2 \cdot HCl$	0.0202	0.0201
	0.0616	0.0616
$NH_2CSNH \cdot NH_2$	0.0090	0.0090
	0.0196	0.0196
$HO \cdot C_6H_4CH{:}N \cdot NHCONH_2$	0.0232	0.0232
	0.0844	0.0842
$CH_2O_2C_6H_3CH{:}N \cdot NHCONH_2$	0.0380	0.0381
	0.1048	0.1046
$CH_3O \cdot C_6H_4CH{:}N \cdot NHCONH_2$	0.0329	0.0328
	0.0707	0.0705

A known amount of the hydrazine derivative was transferred to a conical flask and about 50 ml of water, 10 ml of concentrated hydrochloric acid, 5 ml of 0.02 M iodine monochloride and 5 ml of chloroform were added. The mixture was cooled to room temperature and titrated with 0.10 N sodium hypochlorite solution. The reagent was added from a burette until the solution, which was coloured with iodine, became pale yellow and the chloroform layer acquired a purple colour due to iodine. The conical flask was stoppered and vigorously shaken during the titration. Addition of small volumes of the hypochlorite solution was continued, shaking vigorously after each addition until the chloroform layer was faintly violet. The hypochlorite solution was then added dropwise, with shaking after the addition of each drop, until the chloroform layer became pale yellow. The end-point was very sharp.

In these titrations, normality of the solution with respect to hydrochloric acid was kept between 2.0 N to 3.5 N. Several titrations were performed in each case. From the volume of sodium hypochlorite solution used, corresponding to the end-point in each titration, the amount of each substance was calculated. Some typical results given in Table 1 show that the organic derivatives of hydrazine used in this investigation can be determined by the volumetric method, using sodium hypochlorite solution as an oxidising agent.

Summary

Sodium hypochlorite solution has been used as an oxidising agent for the volumetric determination of semicarbazide hydrochloride, phenylhydrazine hydrochloride, benzalazine, benzalsemicarbazone, o-chlorobenzalsemicarbazone, acetonesemicarbazone, aminoguanidine hydrochloride, thiosemicarbazide, o-hydroxy benzalsemicarbazone, 3,4-methylenedioxy benzalsemicarbazone and p-methoxy benzalsemicarbazone, using iodine monochloride as catalyst and preoxidizer. During these titrations normality of the solution with respect to hydrochloric acid has been kept between 2.0 N and 3.5 N. Chloroform is used as an indicator. It is coloured pink due to the liberation of iodine during the titration and becomes very pale yellow at the end-point owing to the formation of iodine monochloride. Each hydrazino group in these compounds is oxidised quantitatively with a four-electron change to nitrogen with sodium hypochlorite as an oxidant in hydrochloric acid solution.

References

[1] Erdey, L., and L. Buzás: Tudományok Osztályanak Kőzleményei **5**, 313 (1954). — [2] Goldstone, N. I., and M. B. Jacobs: Analyt. Chemistry **16**, 206 (1944). — [3] Jellinek, K., and W. Kresteff: Z. anorg. allg. Chem. **137**, 333 (1924); cf. Z. analyt. Chem. **66**, 278 (1925). — [4] Khatun, S., and M. H. Khundkar: J. Indian chem. Soc. **34**, 114 (1957); cf. Z. analyt. Chem. **159**, 303 (1957/58). — [5] Kitchener, J. A., A. Liberman and D. A. Spratt: Analyst **76**, 509 (1951); cf. Z. analyt. Chem. **144**, 378 (1955). — [6] McBride, W. R., R. A. Henry and S. Skolnik: Analyt. Chemistry **25**, 1042 (1953). — [7] Singh, B., A. Singh, R. Singh, S. Singh and K. C. Sood: J. Indian chem. Soc. **29**, 34, 517 (1952); Anal. chim. Acta, (Amsterdam) **9**, 22 (1953); **10**, 408 (1954); **11**, 313 (1954); **13**, 301 (1955); **14**, 109 (1956); cf. Z. analyt. Chem. **140**, 145 (1953); **143**, 124 (1954); **146** 454, 455 (1955); **151** 258, (1956); **155**, 117 (1957).

Prof. Dr. Balwant Singh, Panjab University College, Hoshiarpur, India

Berichtigung.

In meiner unter dem Titel „*Über die Unterscheidung zwischen Flavonglucosiden und Flavonen, VI. Mitteilung, Analytische Untersuchungen auf dem Flavon-Gebiet*" erschienenen Arbeit[1] sind auf S. 101 die Herkunft der Flavone und ihre Reinheit angegeben. Die dort unter den Nr. 7 (3,5,7,4′-Tetraoxyflavon-3-glucosid [Kämpferin]), Nr. 9 (3,7,4′-Trioxy-3′-methoxyflavon) und Nr. 11 (3-Oxy-flavon [Flavonol]) wiedergegebene Herkunft dieser Substanzen soll richtiggestellt werden: Sie sind in dem Institut für Pharmazeutische Arzneimittellehre der Universität München (Direktor Prof. Dr. L. Hoerhammer) isoliert bzw. synthetisiert worden. — Wir danken Herrn Prof. Hoerhammer für die für unsere Arbeit zur Verfügung gestellten, vorstehend aufgeführten Flavone. Richard Neu

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Für die Analyse von Gemischen aus Luft, Schwefeldioxyd, Schwefeltrioxyd und Schwefelwasserstoff geben G. Pannetier und C. Meltzheim[2] folgende Vorschriften. 1. SO_2 –SO_3. Eine abgemessene Menge des Gases wird durch eine Lösung von H_2O_2 bekannten Gehalts geleitet. Durch Titration des nicht verbrauchten Wasserstoffperoxyds erhält man den Gehalt an SO_2. Die oxydierte Lösung wird mit 0,2 n Natronlauge titriert, wobei sich die Summe der beiden Oxyde ergibt. Statt Wasserstoffperoxyd kann auch eine eingestellte Jodlösung verwendet werden; bei der Bestimmung der Gesamtsäure ist dann zu berücksichtigen, daß nach der Gleichung $SO_2 + J_2 + 2\,H_2O = H_2SO_4 + 2\,HJ$ neben Schwefelsäure auch Jodwasserstoff entstanden ist. — 2. H_2S—SO_2. Das trockne Gasgemisch wird durch eine 0,2 n Jodlösung geleitet und das überschüssige Jod mit 0,2 n Thiosulfatlösung zurücktitriert. Anschließend wird die Gesamtsäure titriert. Nach den Gleichungen $SO_2 + J_2 + 2\,H_2O = H_2SO_4 + 2\,HJ$ und $H_2S + J_2 = S + 2\,HJ$ verbrauchen beide Komponenten die gleiche Menge Jod, jedoch bildet SO_2 die doppelte Menge H^+-Ionen. — 3. SO_3—SO_2—H_2S. Das Gasgemisch wird zunächst durch Jodlösung geleitet und das überschüssige Jod zurücktitriert; ferner wird die Gesamtsäure mit Natronlauge ermittelt. Ein aliquoter Teil des Gases wird durch Natronlauge geleitet. Nach Zugabe von einigen ml konz. Wasserstoffperoxyd wird die überschüssige Natronlauge mit 0,2 n Schwefelsäure zurücktitriert.

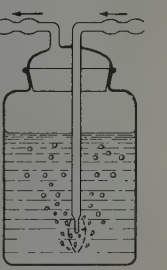

Abb. 1. Gefäß zur Absorption von H_2S und SO_2 nach Pannetier und Meltzheim

Der Gehalt an den einzelnen Komponenten errechnet sich dann nach den Gleichungen: $x + y = A$, $x + 2\,y + z = B$ und $x + y + z = C$. Darin bedeuten x, y und z die Äquivalente (Mole/l) an H_2S, SO_2 und SO_3, A den Verbrauch an Jod, B den Säuregehalt der oxydierten Lösung und C den Verbrauch an NaOH ebenfalls in Äquivalenten. — Da H_2S und SO_2 in Gegenwart von Feuchtigkeit miteinander sofort unter Bildung von Schwefel (und Polythionsäuren) reagieren, müssen die Absorptionsgefäße so beschaffen sein, daß die Gase vor Eintritt in die Absorptionsflüssigkeit nicht mit

[1] Diese Z. **153**, 95 (1956).

[2] Chim. analytique **39**, 142—147 (1957). Fac. des Sciences Dijon (Frankreich).

Flüssigkeit in Berührung kommen. Die Verff. empfehlen das in Abb. 1 (S. 433) wiedergegebene einfache Gefäß. Das Gaseintrittsrohr ist mit einer Glasfritte abgeschlossen.
G. Denk

Kleine Mengen Kohlenoxysulfid in Raffineriegasen ($\geqq 2$ mg/m³) titrieren D. B. Bruss, G. E. A. Wyld und E. D. Peters[1] nach Absorption in alkoholischer Äthanolaminlösung *potentiometrisch mit Silbernitrat*. Mercaptane und Schwefelwasserstoff stören, werden jedoch zuvor durch Absorption in 30%iger Natronlauge entfernt (Schwefelkohlenstoff ist gewöhnlich nur in ganz geringer Menge vorhanden). Die *Apparatur* besteht aus 2 hintereinandergeschalteten Waschflaschen, an die eine mit Thermometer und Wassermanometer versehene nasse Gasuhr angeschlossen ist. Mittels eines T-Stücks und passender Ventile kann durch diese Anordnung entweder die Gasprobe oder $< 0{,}1\%$ O_2 enthaltender Stickstoff geleitet werden. — *Ausführung*. Man füllt 20 ml 30%ige Natronlauge, die 10—15 min mittels N_2 entlüftet worden ist, in die erste Waschflasche, 20 ml 5%iges äthanolisches Äthanolamin in die zweite, sorgfältig vor Licht geschützte Waschflasche und entlüftet mit etwa 25 l Stickstoff. Nun schickt man etwa 8—12 l Gasprobe mit einer Geschwindigkeit von 150—180 ml/min durch die Anordnung, notiert Gastemperatur und -druck (zur Berechnung des Gasvolumens unter Normalbedingungen), spült mit 5—10 l Stickstoff nach, führt den Inhalt von Waschflasche 2 möglichst rasch in einen Titrierbecher über, bringt mit einer Lösung, die 2,7 g Natriumacetat-Trihydrat, 20 ml O_2-freies Wasser, 975 ml wasserfreies Äthanol, 4,6 ml Eisessig enthält und ebenfalls vorher entlüftet worden ist, auf etwa 125 ml und titriert anschließend mit 0,01 n $AgNO_3$-Lösung in gereinigtem, ungefähr 92%igem Isopropanol. Als Indicatorelektrode dient eine Silbersulfidelektrode, als Bezugselektrode eine Glaselektrode. Der Endpunkt wird bei einem Potential von + 50 mV ermittelt. 1 ml 0,01 n $AgNO_3$-Lösung entspricht 0,3 mg COS. Hydrolyse von COS in der Alkali enthaltenden Waschflasche wird durch die gewählte Strömungsgeschwindigkeit (siehe oben) und durch eine grobe Glasfritte, die etwa 1,27 cm in die Lösung taucht, möglichst ausgeschaltet. Nelly Konopik

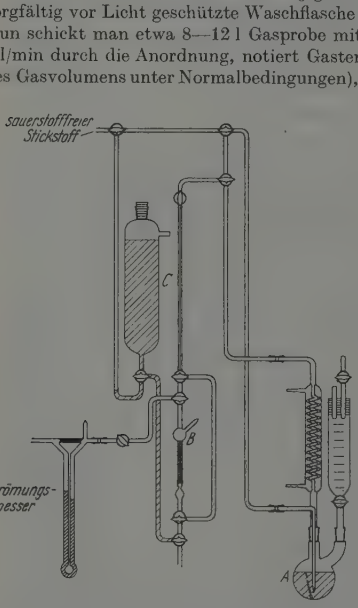

Abb. 1. Apparatur zur Bestimmung von gelöstem Sauerstoff in Flüssigkeiten nach Dammers-de Klerk u. Mitarb.

Zur Bestimmung von gelöstem Sauerstoff in Flüssigkeiten haben A. Dammers-de Klerk und B. Boot-Meurs[2] das von H. W. Deinum und J. W. Dam[3] zur Sauerstoffbestimmung in Gasen angegebene Verfahren umgearbeitet. Der Sauer-

[1] Analyt. Chemistry **29**, 807—809 (1957). Shell Development Co., Emeryville, Calif. (USA).

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 296—297 (1957). Univ. Amsterdam (Holland).

[3] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **3**, 353 (1949); vgl. diese Z. **131**, 289 (1950).

stoff wird unter Erhitzen in einem sorgfältig von Sauerstoff befreiten Stickstoffstrom (Fließgeschwindigkeit 0,85 l/Std) aus der Probelösung (25—225 ml) in *A* (Abb. 1) ausgetrieben und durch ein Reaktionsgefäß *B* geleitet, das mit metallischem Kupfer und ammoniakalischer NH_4Cl-Lösung [25%iges Ammoniak + gesättigte NH_4Cl-Lösung (1:1)] beschickt ist. (Das Gefäß *C* enthält einen Vorrat dieser Lösung.) Es bildet sich eine dem Sauerstoff äquivalente Menge der blauen Kupferkomplexverbindung ($[Cu(NH_3)_4]Cl_2$), deren Farbintensität photometrisch bestimmt wird. An Hand einer Eichkurve wird ausgewertet. K. Machner

Eine zusammenfassende Darstellung über die spektrographische Analyse von Metallen gibt J. O. Lay[1]. Im Hinblick auf die wachsenden Anforderungen bei den analytischen Aufgaben werden ständig neue Apparaturen entwickelt. Der Verf. behandelt zunächst das bekannte „*Steeloscop*", dessen Arbeitsweise kurz beschrieben wird. Er geht dann auf die Typen der *mittleren Spektrographen* ein, die entweder mit Kamera zur photographischen Aufnahme der Spektren, oder mit photoelektrischen Anzeigegeräten ausgerüstet werden können. Die erstgenannte Ausführungsform hat den Vorteil, daß das Analysenergebnis nötigenfalls noch nach langer Zeit überprüft oder ergänzt werden kann. Die *großen Spektrographen* werden vorzugsweise für die Analyse von Eisen- und Stahllegierungen verwendet, die wegen ihrer hohen Linienzahl eine große Dispersion erfordern. Die Aufnahmetechnik ist analog der bei mittleren Spektrographen photographisch oder photoelektrisch. Zum Schluß geht der Verf. noch auf eine Neukonstruktion ein, bei der über ein Hüfner-Prisma ein unmittelbarer Vergleich von Analysensubstanz und Standard-Probe möglich ist. J. van Calker

Für die photometrische Chrombestimmung in Aluminium und Aluminiumlegierungen gibt E. Szczesny[2] folgende *Arbeitsvorschrift*. Man löst 1 g Probe in 10 ml 25%iger Natronlauge und säuert nach Zusatz von etwas kaltem Wasser mit 30 ml Schwefelsäure (1:1) an. Zur Auszementierung von etwa vorhandenem Kupfer gibt man ein Reinstaluminiumplättchen von etwa 10 cm^2 hinzu, kocht 3 min und filtriert. Zum Filtrat fügt man 10 ml 0,05 n Silbernitratlösung und 20 ml 10%ige Ammoniumperoxydisulfatlösung und läßt 3 min sieden. Dann kocht man mit 5 ml Salzsäure (1:1) bis zur Zerstörung des Permanganats. Man kühlt, füllt auf 200 ml auf, filtriert und mißt die Extinktion mit einem Spektrallampenphotometer (Filter Hg 536) in 4 cm-Küvetten bei 436 mμ. (Die ersten Anteile des Filtrats werden verworfen.) Mit chromfreien AlCuMg-Spänen stellt man eine Eichkurve auf. — Man bestimmt so Chromgehalte über 0,01%. Die Genauigkeit beträgt bis 0,05% Cr ± 20%, bis 0,1% ± 10%, bis 0,5% ± 5% und bei 5—10% ± 3% des Wertes. Eisen- und Mangangehalte bis zu 1% stören nicht.

Margot Zimmermann

Eine Methode zur Aluminiumbestimmung in Aluminium-Eisenlegierungen mit 5—20% Aluminium beschreibt J. V. Gilfrich[3]. In 8 n Salzsäure wird Eisen an einem Ionenaustauscher adsorbiert, während Aluminium durchläuft und gravimetrisch als Oxyd bestimmt wird. — *Arbeitsweise.* 0,5 g Probe werden unter Erhitzen in Königswasser gelöst, 4mal mit Salzsäure (1:1) zur Trockne gedampft und der Rückstand in 20 ml 8 n Salzsäure gelöst. Die Lösung wäscht man mit 8 n Salzsäure in eine mit Dowex I gefüllte vorbereitete Austauschersäule ein und eluiert mit 8 n Salzsäure bei einer Durchlaufgeschwindigkeit von 1,5—2 ml/min. 450—500 ml

[1] Metallurgia (Manchester) **55**, 307—308 (1957).

[2] Aluminium **33**, 263 (1957). Beckum (Münsterland/Westf.).

[3] Analyt. Chemistry **29**, 978—980 (1957). U.S. Naval Ordnance Lab., Silver Spring, Md. (USA).

Flüssigkeit werden aufgefangen, zur Trockne gedampft, zwecks Zerstörung organischer Bestandteile mit 20 ml Salpetersäure gekocht und erneut eingedampft. Nach Lösen des Rückstandes in 20 ml Salzsäure (1:1) verdünnt man mit Wasser zu 150 ml und neutralisiert in der Siedehitze mit Ammoniak gegen Methylrot. Der abfiltrierte Niederschlag wird mit 2%iger, gegen Methylrot ammoniakalisch gestellter Ammoniumchloridlösung ausgewaschen und bei 1100° C bis zur Gewichtskonstanz geglüht. Das auf dem Austauscher adsorbierte Eisen wird mit 0,5 n Salzsäure ausgewaschen. — *Herstellung der Austauschersäule.* Dowex I (Siebfraktion 200—400 mesh) wird etwa 23 cm hoch in eine Säule eingefüllt, mit einigen 100 ml 5—10%iger Salpetersäure und anschließend mit Wasser gewaschen. Vor Beschickung mit der Probe muß der Austauscher reichlich mit 8 n Salzsäure gewaschen werden. — 12 Beleganalysen zeigen bei einem Aluminiumgehalt von 14,2% eine mittlere Abweichung von 0,03%. Das Verfahren ist auch bei Gegenwart von 3% Molybdän anwendbar.

H. Garschagen

Zur polarographischen Bestimmung von Arsen in sulfidischen Zinkerzen und in Zinkmetall gibt R. E. Coulson[1] als *Arbeitsvorschrift* an: 10 g Röstgut (Zinkoxyd und Zinkmetall enthaltend) werden mit 20 ml konz. Salpetersäure digeriert, dann eingedampft, schließlich mit 20 ml konz. Schwefelsäure 5 min abgeraucht. Man kühlt ab, spült die Wandungen mit Wasser und raucht nochmals 5 min ab. Nach dem Abkühlen wird in 150 ml Wasser aufgenommen und 5 min im Sieden gehalten, nach erneutem Abkühlen filtriert (Filter Postlip 633 B, Entfernung von Blei als Sulfat) und auf 250 ml aufgefüllt. 10 ml dieser Lösung werden auf 200 ml verdünnt und je nach Cadmiumgehalt analysiert. — A. Bei einem *Cd-Gehalt unter 0,1%* wird 10 min mit Schwefeldioxyd reduziert, anschließend überschüssiges Schwefeldioxyd durch Kochen vertrieben und, wieder abgekühlt, mit so viel Ammoniaklösung versetzt, daß eine bleibende Fällung von Eisenhydroxyd entsteht. Dann werden sofort 50 ml 5 n Schwefelsäure und 10 ml 0,25%ige Gelatinelösung zugesetzt, mit Wasser wird auf 250 ml aufgefüllt. 15 ml dieser Lösung werden mit der gleichen Menge Standard-Arsenlösung vermischt. [0,528 g As_2O_3 werden in möglichst wenig verdünnter Natronlauge gelöst; die Lösung wird auf 500 ml verdünnt, mit 5 n Schwefelsäure gegen Lackmus neutralisiert und auf 1 l aufgefüllt (0,4 g As im Liter). Aus 10 ml dieser Lösung mit 50 ml 5 n Schwefelsäure und 10 ml 0,25%iger Gelatinelösung werden 250 ml Standardlösung hergestellt.] Das Gemisch wird 5 min mit Stickstoff durchperlt und bei — 0,5 V beginnend (gegen die Bodenanode) polarographiert. — B. Bei *größeren Cd-Gehalten* muß Arsen abgetrennt werden: Die Lösung wird mit 5 ml 20%iger Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung zum Sieden erhitzt und während des Siedens mit Ammoniak versetzt, bis alles Eisen gefällt und ein geringer Ammoniaküberschuß vorhanden ist. Die Fällung, die Arsen als Arsenat mit enthält, wird abfiltriert (Whatman Nr. 54), einmal mit ammoniakalischem Wasser gewaschen und schließlich mit heißem Wasser in ein Becherglas gespült. Man zieht das Papierfilter noch mit 10 ml 10%iger Schwefelsäure und heißem Wasser aus, vereinigt die Lösungen, verdünnt auf etwa 200 ml und verfährt weiter nach A. — Zur Analyse von *metallischem Zink* auf Arsen wird die nach dem Arsengehalt bemessene Probe (bei 10^{-4} bis 10^{-3}% 25 g, bei mehr als 10^{-3}% 5 g) in Salpetersäure gelöst und auf 600 ml aufgefüllt. Nach Zugabe von 5 ml 20%iger Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung wird zum Sieden erhitzt und wieder mit Ammoniak gefällt. Schließlich wird so lange Ammoniak zugesetzt, bis die Zinkfällung wieder aufgelöst ist. Der wie bei B gelöste Niederschlag wird auf 150 ml verdünnt 10 min mit Schwefeldioxyd reduziert, durch Kochen von überschüssigem Schwefeldioxyd befreit und schließlich bei weniger als 10^{-2}% Arsengehalt der Probe auf 20 ml

[1] Analyst **82**, 161—164 (1957). Imperial Smelting Corp. Ltd., Bristol (England).

eingeengt. (Bei größeren Gehalten wird auf 250 ml verdünnt.) Mit 5 n Schwefelsäure wird dann auf einen Schwefelsäuregehalt von 1 n gebracht, so viel 0,25%ige Gelatinelösung zugesetzt, daß die Lösung 0,01% enthält, mit Stickstoff von Sauerstoff befreit und polarographiert. Bei Röstgut mit 0,1—5% As beträgt der Fehler nach A ± 0,04%, nach B ± 0,01%, wie durch Vergleich mit chemischen Analysen ermittelt wird. Im Zinkmetall sind 0,1—0,001% auf ± 2% genau bestimmbar. Bei 10^{-4}% As steigt der Fehler auf 20%. K. Cruse

Zur Bestimmung kleiner Mengen Zinn in Erzen beschreiben L. B. Ginsburg und Z. P. Škrobot[1] fluorimetrische und photometrische Methoden, die auf den Reaktionen von Zinn(IV) mit *Oxin (8-Hydroxychinolin), Morin (3, 5, 7, 2', 4'-Pentahydroxyflavon) und Phenylfluoron* beruhen. Der gelbe Zinn(IV)-komplex mit Oxin läßt sich bei p_H 2,7—5,6 mit Chloroform zu einer fluorescierenden Lösung ausschütteln. Zur Bestimmung titriert man mit einer Standardzinnlösung, bis die gleiche Fluorescenzintensität wie in der zu prüfenden Lösung erreicht ist. Man beobachtet im filtrierten UV-Licht der Quecksilberlampe. 3—10 μg Sn in 3 ml $CHCl_3$ können auf diese Art mit Fehlern von 0,5—1 μg bestimmt werden. Der gelbe Zinn(IV)-komplex mit Morin zeigt in 0,04—0,06 n Salzsäure sein Fluorescenz-Maximum. In 0,2 n Salzsäure fluoresciert die Verbindung nicht mehr. Der günstigste Konzentrationsbereich für die fluorimetrische Bestimmung liegt zwischen 2 und 8 μg Sn in 10 ml Lösung. Sulfate und Chloride vermindern die Fluorescenzintensität. Zur photometrischen Bestimmung soll die Salzsäurekonzentration nicht kleiner sein als 0,05—0,1 n. Die Eichkurve ist bei 420 mμ (Absorptionsmaximum) im Bereich von 5—25 μg Sn^{4+} je 15 ml Lösung eine Gerade. Mit Phenylfluoron reagiert Zinn(IV) in salzsaurer Lösung nicht, in schwefelsaurer Lösung bildet sich ein Niederschlag. Hält man die H_2SO_4-Konzentration aber auf 1,0—1,3 normal, so kann der Zinnkomplex durch Zusatz von Gelatine oder Gummi arabicum in orangegelber kolloider Lösung gehalten werden. Beim Absorptionsmaximum (500 mμ) ist die Eichkurve im Bereich 5—50 μg Sn^{4+}/25 ml eine Gerade. Die Zinnbestimmung mit Oxin wird gestört durch In, Al, Zn, Fe, Cu, Ge u. a., die fluorimetrische Bestimmung mit Morin durch Fe^{3+}, Sb, Mo, W, Al, F^-, die photometrische Bestimmung mit Morin durch Cu, Fe^{3+}, W, Mo, Al, Sb, die Bestimmung mit Phenylfluoron durch Sb, Ge, Fe^{3+}, As und F^-. Destilliert man das Zinn zunächst als Bromid ab, so stören nur noch die ebenfalls als Bromide flüchtigen Elemente wie Sb, As, Ge, außerdem stört Fluorion. — *Analysengang.* Man schließt 0,25—0,5 g Erz in einem Eisentiegel mit 3—4 g Natriumperoxyd durch 10—15 min langes Erhitzen im Muffelofen (600—650° C) auf. Die Schmelze wird mit Wasser ausgelaugt und mit Salzsäure neutralisiert, worauf man 30 ml Bromwasserstoffsäure und 60 ml Schwefelsäure (1:1) zugibt, in eine Destillationsapparatur überführt und unter Durchleiten eines CO_2-Stromes erhitzt. Das Destillat von 100—127° C wird verworfen und die Destillation fortgesetzt, bis die Temperatur 200° C erreicht. Man gibt dann aus einem Tropftrichter 15 ml Bromwasserstoffsäure tropfenweise dazu, hält die Temperatur konstant und reguliert die Destillationsgeschwindigkeit entsprechend der Zutropfgeschwindigkeit. Nach beendeter Destillation leitet man noch etwa 10 min CO_2 hindurch und füllt das Destillat auf 100 ml auf. — *Für die Bestimmung des Zinns mit Oxin* bringt man einen aliquoten Teil der Lösung (2—5 ml), in einen Colorimetrierzylinder von 1 cm ∅, gibt einige Tropfen Wasser zu, sättigt mit SO_2-Gas oder Ascorbinsäure, verdünnt mit 5—8 ml Wasser und neutralisiert gegen Methylorange. Dann versetzt man mit 1,2 ml 0,1 n Salzsäure, 10 ml 0,2 m Kaliumhydrogenphthalatlösung und 3 ml 0,5%iger Oxinlösung in Chloroform. Die Flüssig-

[1] Zavodskaja Laborat. **23**, 527—533 (1957) [Russisch]. Staatl. Wiss. Forsch.-inst. f. Buntmetalle.

keit wird einige Minuten kräftig geschüttelt und der Zinngehalt durch fluorimetrische Titration mit einer Standardlösung ermittelt, die 1 mg bzw. 100 μg/ml Sn^{4+} in 3,5%iger Salzsäure oder 10 μg/ml Sn^{4+} in 0,35%iger Salzsäure enthält. Nach jedem Zusatz der Standardlösung wartet man etwa 30 sec und vergleicht dann die Fluorescenzintensitäten. — *Für die Bestimmung mit Morin* versetzt man wieder 2—5 ml Lösung in einem Zylinder von 1 cm ⌀ mit einigen Tropfen Wasser und sättigt mit SO_2. Bei Gegenwart von Fluor gibt man einige Kristalle Borsäure zu, versetzt anschließend mit 1 ml 0,05%iger Morinlösung und neutralisiert mit Ammoniak gegen Kongopapier. Danach gibt man tropfenweise 10%ige Salzsäure bis zur Blaufärbung und noch einen Überschuß von 0,4 ml dieser Säure zu, so daß die Lösung etwa 0,05 n an HCl ist, und füllt mit Wasser auf 10 ml auf. Dann wird wie oben mit einer Standardzinnlösung auf Intensitätsgleichheit der Fluorescenz titriert. Wenn bei der Titration mehr als 0,5 ml der Vergleichslösung verbraucht werden, gibt man zur Analysenlösung noch so viel Salzsäure, daß die Acidität der der Standardlösung gleich ist. Für die colorimetrische Bestimmung mit Morin werden 5 ml des zinnhaltigen Destillats in einer Küvette mit einigen Tropfen Wasser versetzt und mit SO_2 gesättigt. Dazu gibt man 2 ml Morinlösung, neutralisiert gegen Kongorot und fügt einen Überschuß von 0,6 ml 10%iger Salzsäure hinzu, füllt mit Wasser auf 15 ml auf, mischt gut durch und mißt bei 420—430 mμ. — *Für die Bestimmung mit Phenylfluoron* bringt man 5—10 ml Lösung mit Ammoniak auf einen p_H-Wert von etwa 5, gibt 1,6 ml Schwefelsäure (1 : 1), 2,5 ml 0,5%ige Gelatinelösung und 5 ml 0,03%ige Phenylfluoronlösung hinzu und füllt auf 25 ml auf. Man mischt gut durch, läßt 30 min stehen und photometriert bei 500 mμ. W. Böhm

Bestimmung von Thorium in Silicatgesteinen und in Erzen. F. S. Grimaldi, L. B. Jenkins und M. H. Fletcher[1] beschreiben ein vervollkommnetes Verfahren der *Abtrennung des Thoriums als Jodat* aus salpetersaurer Lösung. Zugesetzte Weinsäure vermindert die Mitfällung von Zr, W, Sc und Bi, Wasserstoffperoxyd die Mitfällung von Ti, Nb und Ta. Oxinzusatz verhindert die katalytische H_2O_2-Zersetzung. Als Sammler für die Fällung von Mikrogrammen Thoriumjodat dienen Eisen(III) bzw. Quecksilber(II). In Verbindung mit der spektrophotometrischen Endbestimmung des Thoriums nach der Thoron-Mesoweinsäuremethode von M. H. Fletcher, F. S. Grimaldi und L. B. Jenkins[2] gestattet das Verfahren die Bestimmung von Mikrogrammengen ThO_2 neben 30 mg der Oxyde von Ce, Zr, Ti, Nb, Ta, Sc, Fe. 0,001% oder mehr ThO_2 kann in *Silicatgesteinen* und 0,01% ThO_2 in *Schwarzsand, Monazit, Thorit, Thorianit, Eschynit, Euxenit und Zirkon* quantitativ erfaßt werden. — *Ausführung.* Man erhitzt 0,05 g (bei Silicatgesteinen 0,3 g) der fein gepulverten Probe im Platintiegel mit 2 g bzw. 3—5 g Natriumperoxyd 1 Std auf 460° ± 20° C oder schmelzt (bei Silicaten) 0,3 g Probe mit 3—5 g K_2CO_3. Die gesinterte Masse bzw. die Schmelze löst man im bedeckten Glas mit 30—100 ml Wasser, neutralisiert die Lösung mit Salpetersäure (1 : 1) und fügt 2 ml davon im Überschuß zu. Wenn der Aufschluß vollständig war, versetzt man die Lösung mit 1 ml $Fe(NO_3)_3$-Lösung [0,875 g $Fe(NO_3)_3 \cdot 6\,H_2O$ in 100 ml Salpetersäure (1 + 99)], 1—2 Tr. Perhydrol, neutralisiert mit 50%iger Kalilauge, gibt davon 5 ml im Überschuß für je 50 ml Lösung zu, erhitzt 15 min im Wasserbad, filtriert durch ein schnell laufendes Filter und wäscht zuerst mit 0,2%iger KOH-Lösung, dann einige Male mit 1%iger NH_4NO_3-Lösung. Man verascht, schmelzt die Asche mit 0,5 g Kaliumpyrosulfat, löst die abgekühlte Schmelze bei Raumtemperatur in einem Gemisch von 15 ml Wasser, 6 ml Salpetersäure (1 + 1), 5 ml D-Weinsäurelösung (600 g im Liter), 1ml Oxinlösung [0,5 g in Salpetersäure (1 + 99)], 0,1 ml 6%iger Kalium-

[1] Analyt. Chemistry **29**, 848—851 (1957). Geol. Survey, Washington, D.C. (USA).
[2] Analyt. Chemistry **29**, 963 (1957); vgl. das folgende Referat.

jodatlösung und 3 ml 3%iger H_2O_2-Lösung. Nach dem Verdünnen mit 5 ml Wasser gibt man unter Rühren 10 ml 6%ige KJO_3-Lösung und 5 ml Quecksilbernitratlösung [1,58 g $Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O$ + 10 ml Salpetersäure (1 + 1) im Liter] zu, kühlt 45 min im Eisbad, filtriert und wäscht sehr gründlich (besonders bei Gegenwart von viel Ti, Nb oder Ta) mit eiskalter Waschlösung (60 ml Salpetersäure + 6 ml 30%iger H_2O_2-Lösung + 200 ml 6%iger KJO_3-Lösung im Liter), ohne eine etwa entstehende Trübung oder einen Niederschlag im Filtrat (von Quecksilber herrührend) zu berücksichtigen. Man löst den Niederschlag vom Filter durch abwechselnden Zusatz von 5 ml heißer Salzsäure (1 + 1) und 5 ml heißem Wasser, gibt 1 ml Perchlorsäure zur Lösung, erhitzt im Wasserbad bis die Lösung farblos geworden ist, raucht dann ab und vertreibt schließlich die Perchlorsäure bei 170° bis 190° C (Sandbad). Man nimmt den Rückstand mit 2 ml Salzsäure (1 + 1) auf, verdampft zur Trockne und führt anschließend die spektrophotometrische Bestimmung mit Thoron[1] bei ThO_2-Gehalten von 2—60 μg in der ganzen Lösung, bei größeren Gehalten in aliquoten Teilen durch. Blindproben der Reagentien werden der gleichen Behandlung unterworfen. KLAUS BRODERSEN

Zur unmittelbaren spektrophotometrischen Bestimmung von Thorium in Zr-haltigen Erzen z. B. in Zirkon verwenden M. H. FLETCHER, F. S. GRIMALDI und L. B. JENKINS[1] das System *Thoron-Mesoweinsäure*, da Mesoweinsäure zur Maskierung des störenden Zr wirksamer ist als D-Weinsäure. Die Absorption des Th-Thoron-Komplexes kann bei 545 mμ innerhalb von 5—10 min nach Zugabe der Mesoweinsäure gemessen werden, ohne daß Zr stört. Die Eichkurve ist für 3—150 μg ThO_2/25 ml Lösung geradlinig. Eine Temperaturänderung von $\pm$ 0,8° C verursacht einen Fehler von $\pm$ 0,2 μg. F, Ti, Ta, Sn und Nb stören sehr, während viele andere Elemente in wesentlichen Mengen anwesend sein können (Tabelle). Störendes Fe^{III} wird im Gange der Analyse zu Fe^{II} reduziert. — *Arbeitsweise.* Man schließt 50 mg fein gemahlene Substanz mit 4—5 g frischem Na_2O_2 auf und löst mit Salzsäure (1:1), 2 ml im Überschuß. Falls ein Rückstand bleibt, wiederholt man mit diesem den Aufschluß. Dann neutralisiert man mit 50%iger Kalilauge und fügt 5 ml im Überschuß hinzu. Man digeriert 15—20 min auf dem Wasserbad, filtriert, wäscht mit verd. Kalilauge, preßt aus und löst mit etwa 20 ml heißer Salzsäure (1:1) durch kurzes Erhitzen auf dem Dampfbad. Nach dem Abkühlen füllt man auf 25 ml mit Salzsäure (1:1) auf und verwendet einen 3—5 ml-Anteil. Man dampft mit 1 ml Perchlorsäure ein und beseitigt die Perchlorsäure durch sorgfältiges Erhitzen auf dem Sandbad (ohne zu überhitzen, damit Zr keine unlösliche Form bildet). Nach dem Abkühlen versetzt man mit 1 ml Salzsäure (1:1) und nach Umschwenken und 1—2 min Stehen mit 4 ml Wasser. Man erhitzt 5 min auf dem Dampfbad, versetzt mit 1 ml 10%iger Hydroxylaminhydrochloridlösung zur Reduktion von Fe^{III} und 0,2 ml $CuCl_2$-Lösung (1 ml = 1 mg CuO) als Katalysator für die Reduktion, erhitzt 5 min auf dem Dampfbad und kühlt. Falls die Lösung nicht klar ist, muß filtriert werden. Man vermischt dann mit 4 ml 10%iger Mesoweinsäurelösung und 3 ml 0,1%iger Thoronlösung und füllt auf 25 ml mit Wasser auf. Man mißt die Absorption der Lösung innerhalb 5—10 min nach Zugabe der Mesoweinsäure bei 545 mμ gegen eine Blindprobe aus 1 ml Salzsäure (1:1), 1 ml Hydroxylaminhydrochloridlösung, 4 ml Mesoweinsäurelösung und 3 ml Thoronlösung/25 ml in 5 cm-Küvetten und wertet mit Hilfe einer Eichkurve oder durch Rechnung aus. HILDEGARD PLUSKAL

Zur Analyse von Ilmenit ($FeTiO_3$) und Titanweiß läßt sich, wie T. TANAKA[2] an Hand von zahlreichen Analysen zeigt, das Verfahren der Eisen/Titan-Trennung mit

[1] Analyt. Chemistry **29**, 963—967 (1957).

[2] Jap. Analyst. **6**, 78—80 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Sakai Chem. Ind. Ltd. (Japan).

Sulfosalicylsäure[1] gut verwenden. Er vergleicht mit Versuchen, bei denen Weinsäure als Maskierungsmittel benutzt wurde, und stellt fest, daß die erste Methode einfacher und schneller ist. KLAUS BRODERSEN

Die photocolorimetrische Bestimmung von Chrom mit Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA) in *Chrommagnesiten, Magnesitchromprodukten und Chromerzen* beschreibt A. M. PINUS[2]. Störendes Fe wird mit Seignettesalz komplex gebunden, da dieser Komplex beständiger ist, als der mit ÄDTA. – *Analysengang.* Die Einwaage von 0,05 g feingepulverter, lufttrockener Probe wird im Quarz- oder Platintiegel mit 1,5 2 g Kaliumhydrogensulfat in 8 min bei 700—800° C aufgeschlossen. Nach Abkühlung bringt man die Schmelze in ein Becherglas von 300 ml, spült den Tiegel mit wenig heißem Wasser aus, gibt 10 ml konz. Salzsäure zu, bedeckt mit einem Uhrglas und erhitzt bis zur völligen Lösung der Schmelze. Nach Abkühlung auf Zimmertemperatur gießt man die Lösung in einen 100 ml-Meßkolben, füllt auf und schüttelt um. Man versetzt eine Abnahme von 20 ml mit 2 ml 20%iger Seignettesalzlösung, 3 ml 5%iger Natrium-ÄDTA-Lösung, 4 Tropfen Phenolphthaleinlösung und neutralisiert mit Ammoniak (1 : 1) bis zur blaßrosa Färbung. Nach Zusatz von 5 ml 2 n Essigsäure bis zum p_H-Wert 4 kocht man die Lösung 5 min, füllt auf 50 ml auf und colorimetriert unter Verwendung eines Grünfilters. Der mittlere Fehler der Bestimmung beträgt $\pm$ 0,5% Cr_2O_3; die Analyse dauert 45 min. Es kann auch in salpetersaurer Lösung gearbeitet werden, wenn diese zum Aufschluß nötig gewesen ist. W. BÖHM

Zur Bestimmung von kleinen Mengen Uran (0,01% U_3O_8) in Erzen oder Phosphatgesteinen trennen H. KURAMA, Y. ISHIHARA, B. KOMINAMI, T. ISHIKAWA und J. ITO[3] das Uran mit einer Cellulosesäule ab, eluieren mit Äther und ermitteln in der Lösung das Uran colorimetrisch mit Wasserstoffperoxyd. Die Störung, welche große Phosphatmengen hervorrufen, kann durch Zugabe von Eisen(III)-salzen umgangen werden. Die Analyse kann in 4—5 Std ausgeführt werden. G. DENK

Zur komplexometrischen Bestimmung von Calcium- und Magnesiumoxyd in Eisenerzen trennen Y. ENDO, H. TANIHARA und K. HATTORI[4] die Hauptmenge Eisen mittels Quecksilberkathode oder Ionenaustauscher ab, beseitigen die restlichen Eisenmengen durch Ammoniakfällung und teilen das Filtrat in zwei Teile. In einem Teil titriert man die Summe von Calcium und Magnesium mit Äthylendiamintetraacetat-(ÄDTA-)lösung; in dem anderen Teil fällt man Calcium als Oxalat und titriert im Filtrat das Magnesium mit ÄDTA. Calcium wird aus der Differenz errechnet. Bei Gegenwart nur geringer Calciummengen setzt man vor der Oxalatfällung 5 ml 0,01 m Ca-Lösung zu. Manganmengen bis zu 15 mg lassen sich — ebenso wie die üblicherweise vorkommenden Spurenelemente — durch Zugabe von 15 ml 20%iger Kaliumcyanidlösung maskieren. — An Testgemischen sowie verschiedenen Erzproben mit CaO-Gehalten von 0,30—9,11% und MgO-Gehalten von 0,14—3,67% wird gezeigt, daß die vorgeschlagene Arbeitsweise genauer und schneller als die übliche Methode (Calciumbestimmung als Oxalat, Magnesiumbestimmung als Phosphat) ist. H. GARSCHAGEN

---

[1] TANAKA, T.: Jap. Analyst **6**, 13—19 (1957); vgl. diese Z. **160**, 145 (1958).

[2] Zavodskaja Laborat. **23**, 662—663 (1957) [Russisch]. „Magnesit"-Werk Satkinsk.

[3] Jap. Analyst **6**, 3—6 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Mitsubishi Mining and Metallurg. Lab. (Japan).

[4] Jap. Analyst **6**, 224—228 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. refer.) Kawa-saki Steel Corp., Fukiai Plant (Japan).

Analyse von Kupfer- und Bleischmelzschlacken. S. Ju. Fainberg, A. A. Bljachman und S. M. Stankova[1] bestimmen im alkalischen Aufschluß Al_2O_3, MgO und SiO_2 colorimetrisch, CaO maßanalytisch nach Methoden, die genau beschrieben werden. In einer zweiten Einwaage können nach saurem Aufschluß Fe, Cu, Pb und Zn nach den üblichen Methoden bestimmt werden, auf die nicht näher eingegangen wird. — *Analysengang. Die Bestimmung von* Al_2O_3 erfolgt bei p_H 5,2—5,6 mit *Stilbazo*[2]. In einem Eisentiegel erhitzt man 0,5 g Probe mit 3 g Natriumhydroxyd und 2 g Natriumperoxyd in einem Muffelofen zunächst auf 600—700° C bis zum klaren Fluß, dann 7—8 min auf höhere Temperatur, kühlt und löst die Schmelze mit 150—160 ml heißem Wasser. Man gibt in die Lösung 20 ml konz. Salzsäure, kocht 1—2 min auf, kühlt ab und füllt in einem 500 ml-Meßkolben mit Wasser auf. Von dieser Grundlösung führt man 20 ml in einen 100 ml-Meßkolben über und füllt nach Zusatz von 2 ml konz. Salzsäure auf. 25 ml dieser Lösung (etwa 5 mg Einwaage entsprechend) erhitzt man auf 60—70° C, gibt 1 g Ammoniumchlorid, 2—3 Tr. Methylrotlösung und Ammoniak bis zum Farbumschlag hinzu. Der Niederschlag von Fe- und Al-Hydroxyd wird abfiltriert, mit heißer, 1%iger Ammoniumchloridlösung gewaschen und mit höchstens 20—25 ml heißer Salzsäure (1 : 1) in einem Kolben gelöst. Die Lösung schüttelt man nach Abkühlung in einem Scheidetrichter mit der gleichen Menge Amylacetat 1—2 min kräftig durch. Man trennt die untere salzsaure Schicht ab und wiederholt das Ausschütteln mit Amylacetat nach Zusatz von 1—2 ml, notfalls 4–5 ml konz. Salzsäure. Diese salzsaure Lösung versetzt man mit 2 Tr. Perhydrol, dampft auf dem Wasserbad ein, befeuchtet den Rückstand mit 1—2 ml Salzsäure (1 : 1), dampft wieder zur Trockne, löst den Rückstand unter Erwärmen mit 20 ml angesäuertem Wasser und füllt in einem Meßkolben auf 50 ml auf. Zur colorimetrischen Bestimmung versetzt man 10—20 ml dieser Lösung (1—2 mg Schlacke) in einen 100 ml-Meßkolben mit 0,5 ml frisch hergestellter 2,2%iger Ascorbinsäurelösung, 30 ml Acetatpuffermischung (p_H 5,4) und 15 ml 0,02%iger Stilbazolösung. Man füllt mit Wasser auf, mischt gut durch und mißt mit Grünfilter in einer Küvette von 50 mm Länge gegen eine Blindprobe mit den verwendeten Reagentien. Die Eichkurve wird mit entsprechenden Lösungen bekannten Al-Gehaltes aufgestellt. Das Verfahren zeigt gut reproduzierbare Ergebnisse; die Dauer der Analyse beträgt 3—4 Std. — *Zur Bestimmung von MgO* nach dem Titangelbverfahren versetzt man 50 ml der Grundlösung (entsprechend 50 mg Schlacke) mit 4 g Ammoniumchlorid, einem Tropfen Brom und erhitzt auf 60—70° C. Dann fällt man mit Ammoniak die Hydroxyde von Fe, Al und Mn, filtriert, wäscht zweimal mit schwach ammoniakalischer 2%iger Ammoniumchloridlösung, löst den Niederschlag wieder in Salzsäure und wiederholt die Fällung. Die vereinigten Filtrate und Waschwässer werden zur Entfernung des Ammoniaks erhitzt, mit einigen Tropfen Salzsäure angesäuert und mit 2 ml 2%iger Thioacetamidlösung versetzt. Dann macht man schwach ammoniakalisch, kocht 2—3 min, filtriert die Sulfide von Zn, Cu usw. und wäscht mit thioacetamidhaltigem Wasser. Zum Filtrat gibt man 15—20 ml Salpetersäure und dampft auf ein kleines Volumen ein, den Rückstand versetzt man mit 10 ml Salpetersäure, dampft ein, gibt 10 ml Salzsäure dazu und dampft wiederum ein. Das Abrauchen mit Salzsäure wiederholt man noch zweimal, löst den Rückstand in 10 ml 1%iger Salzsäure, filtriert durch Filterschleim von der ausgeschiedenen Kieselsäure ab und gibt das Filtrat in einen 50 ml-Meßkolben; den Niederschlag wäscht man mit 1%iger Salzsäure. Zum Filtrat gibt man 5 ml 1%ige Stärkelösung, 5 ml Glycerin und 5 ml 0,1%ige wäßrige

[1] Zavodskaja Laborat. **23**, 647—652 (1957). [Russisch]. Staatl. wiss. Forsch.-inst. f. Buntmetalle.

[2] Kuznecov, V. I., G. G. Karanovič und D. A. Drapkina: Zavodskaja Laborat. **16**, 787 (1950); vgl. diese Z. **139**, 128 (1953).

Titangelblösung, schüttelt gut um und setzt noch 10 ml 2 n Natronlauge hinzu. Dann füllt man mit Wasser auf, mißt die Extinktion nach 30 min bei 530 mμ (Grünfilter). Mit Standardlösungen bekannten Mg-Gehalts wird eine Eichkurve aufgenommen. Die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse ist nicht sehr gut, aber besser als bei Verwendung von 8-Oxychinolin oder Phosphat zur Mg-Bestimmung. Die Analysendauer beläuft sich auf 5—6 Std. — *Zur colorimetrischen Bestimmung von SiO_2* als Molybdänblau versetzt man 25 ml Grundlösung mit 5 ml konz. Salzsäure und füllt im 500 ml-Meßkolben zur Marke auf. Zu 10 ml dieser Lösung (entsprechend 0,5 mg Schlacke) gibt man in einem 100 ml-Meßkolben 5 ml Wasser, 7 ml 0,5 n Schwefelsäure, 5 ml frisch bereitete 5%ige Ammoniummolybdatlösung und schüttelt gut um. Nach 10 min gibt man etwa 40 ml Wasser und 14 ml 8 n Schwefelsäure dazu, vermischt, versetzt mit 2—3 ml $SnCl_2$-Lösung in 20%iger Salzsäure und füllt mit Wasser auf. Nach 10 min photometriert man bei 650—720 mμ (Rotfilter). Der Gehalt an SiO_2 wird mit Hilfe einer Eichkurve ermittelt. — *Zur Bestimmung von CaO* gibt man zu 100 ml Grundlösung 1 g festes Ammoniumoxalat, neutralisiert mit Ammoniak (1 : 1) gegen Methylrot, fügt noch 0,5 g Ammoniumoxalat dazu, erhitzt zum Sieden, hält 30 min bei 70—80° C und filtriert durch ein Weißbandfilter mit etwas Filterschleim. Hieran schließt sich die bekannte Titration der durch Schwefelsäurezusatz in Freiheit gesetzten Oxalsäure mit 0.05 n $KMnO_4$-Lösung. W. Böhm

Die flammenphotometrische Bestimmung des Kaliums in Natriumsalzen wird von A. M. Fišer und A. I. Finkelštein[1] beschrieben. Die Bestimmung erfolgt in der üblichen Weise, eine Skizze der verwendeten Apparatur wird angegeben. Zur Bestimmung werden folgende Linien benutzt: K 7698,98 und 7664,91 Å, Na 5895,92 und 5889,95 Å. Eine Bestimmung dauert etwa 2—3 min. Der mittlere Fehler liegt bei 2%. Es werden Gemische aus 60—75% NaCl, 12—20% NaF und 5—15% KCl sowie 70—20% NaCl, 20—55% Na_2CO_3 und 5—25% KCl untersucht. W. Böhm

Zur Analyse eines Gemisches der Vanadiumoxyde, wie sie in Vanadinkontakten vorkommen, gibt P. P. Machovka[2] folgende *Arbeitsweise* an, die V_2O_3, V_2O_4 und V_2O_5 berücksichtigt. Man erhitzt 0,2 g Substanz 20—30 min lang mit 20 ml 10%iger Natronlauge, wobei sich bei einem Überschuß von Vanadin(V) die Lösung gelb färbt, während sich das schwarze, unlösliche Vanadin(III)-oxyd absetzt. Man verdünnt mit heißem Wasser auf 50 ml und filtriert in ein 250 ml-Becherglas. Der Rückstand auf dem Filter wird 10 mal mit wenig heißem Wasser gewaschen. Dann spült man mit 30 ml H_2SO_4 (1 : 2) und Wasser in ein Becherglas und erhitzt bis zur vollständigen Lösung von V_2O_3. Man füllt auf 100 ml auf, erwärmt und gibt allmählich 0,1 n Kaliumpermanganatlösung bis zur schwachen Rosafärbung zu. Dann wirft man das Filter in die Lösung, um den Rest des Vanadin(III)-oxyds zu lösen, erhitzt zum Sieden, nimmt das Filter wieder heraus, wäscht es sorgfältig und gibt zur Lösung noch etwas Permanganat bis zur schwachen Rosafärbung. Nach dem Verdünnen auf 250 ml und Zugabe von 60 ml Schwefelsäure (1 : 2) sowie 4—5 Tropfen Phenylanthranilsäureindicator titriert man mit 0,1 n Eisen(II)-ammoniumsulfatlösung. Aus dem Verbrauch an Maßlösung wird der V_2O_3-Gehalt berechnet. Das alkalische Filtrat, das V^{IV} und V^{V} enthält, wird auf 100 ml eingedampft, mit Schwefelsäure (1 : 1) neutralisiert und mit 10 ml der Säure im Überschuß versetzt. Man erhitzt und gibt langsam $KMnO_4$-Lösung bis zur schwachen Rosafärbung zu und titriert anschließend wie oben mit 0,1 n Eisen(II)-lösung. Man erhält so die

[1] Zavodskaja Laborat. **23**, 788—791 (1957) [Russisch].

[2] Zavodskaja Laborat. **23**, 533—535 (1957). [Russisch]. Landwirtsch. Inst. Bjelocerkovsk.

Summe von V_2O_5 und V_2O_4. Dann wägt man nochmals 0,2 g des Oxydgemisches in ein 250 ml-Becherglas ein, übergießt mit 30 ml Schwefelsäure (1 : 2) und löst unter schwachem Erwärmen. Nach Abkühlung verdünnt man auf 200 ml, gibt Schwefelsäure und Indicator zu und titriert, wenn im Oxydgemisch V_2O_5 im Überschuß ist, wie oben. Man erhält so die Differenz V^V—V^{III}. Ist Vanadium(III) im Überschuß vorhanden, gibt man zur schwefelsauren Lösung 1 ml einer 01%igen Lösung von Natriumdiphenylaminsulfonat und titriert mit einer 0,1 n Ammoniummetavanadatlösung. Zur Herstellung der Phenylanthranilsäurelösung werden 0,2 g wasserfreie Soda sowie 0,2 g Phenylanthranilsäure in 100 ml Wasser gelöst. W. Böhm

Die Bestimmung von Schwefelsäure in Kupferbädern, die zum elektrolytischen Verkupfern verwendet werden, wird von L. Moore[1] mit Natriumcarbonat-Methylorange als Reagens durchgeführt. — *Arbeitsweise.* Für Bäder mit einem Verhältnis $CuSO_4 \cdot 5\ H_2O/H_2SO_4 = 2{,}5$ titriert man mit einer Lösung von 67,53 g wasserfreiem Na_2CO_3 + 0,016 g festem Methylorange/Liter (wenig stärker als 1 n) bis zu einem rein grauen Endpunkt. Die Farbe der blauen Lösung geht bei der Titration über Purpur nach Magenta über, erscheint am Endpunkt rein grau und später grün. Ist das Verhältnis $CuSO_4 \cdot 5\ H_2O/H_2SO_4$ zu groß, so erscheint der Endpunkt blaugrün, bei zu kleinem Verhältnis bräunlichgrün[2]. Hildegard Pluskal

Borsäure in Vernickelungsbädern bestimmt man nach K. A. Nakladova[3], indem man 1 ml Elektrolytlösung nimmt, mit 10 ml dest. Wasser verdünnt und 5—6 ml gesättigte Kaliumcyanoferrat(II)-lösung sowie 10 Tropfen Phenolrotindicator zusetzt. Man schüttelt die Lösung durch und titriert langsam mit 0,1 n Natronlauge bis zum Umschlag der hellgrünen Farbe des Niederschlages nach Blauviolett. Man notiert den Verbrauch an Alkali, gibt 5—6 ml wäßriges Glycerin (2 : 1) zu und titriert wieder bis zur bleibenden blauvioletten Färbung des Niederschlags. W. Böhm

Die Schnellbestimmung von freier Säure, Eisen, Chrom und Flußsäure in einer Flußsäure-Salpetersäure-Metallbeizlösung beschreibt K. Mukaewaki[4]. Die freie Säure wird nach Maskierung von Eisen und Chrom als komplexe Fluoride titriert, das Eisen nach Reinhardt, nachdem Flußsäure und Salpetersäure abgedampft sind. Zur Bestimmung des Chroms wird mit Überchlorsäure bis zum Auftreten weißer Nebel erhitzt und dann oxydimetrisch titriert. Um den Angriff des Glases durch die Flußsäure zu vermeiden, gibt man den Lösungen Borsäure zu. Die Flußsäure wird mit Calciumchlorid gefällt, dann wird das überschüssige Calcium mit Ammoniumoxalat niedergeschlagen und mit Permanganat titriert. G. Denk

Zur Bestimmung der Phosphorsäure in Düngemitteln empfehlen J. A. Brabson und W. D. Wilhide[5] die Methode von P. M. Shuey[6] in Verbindung mit dem automatischen Titrator nach H. V. Malmstadt und E. R. Fett[7]. Die Methode von Shuey besteht darin, daß Ammoniumphosphormolybdat wie in der offiziellen

[1] Chem. and Ind. **1957**, 951—952. Coll. of Sci. & Technol., Manchester (England).

[2] Polemische Bemerkungen zu der obigen Arbeit, vgl. K. A. Wickham, Chem. and Ind. **1957**, 1154—1155; Erwiderung L. Moore, Chem. and Ind. **1957**, 1155.

[3] Zavodskaja Laborat. **23**, 544 (1957) [Russisch].

[4] Jap. Analyst **6**, 23—26 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Nippon Tokushu Steel Tube Co., Ltd. (Japan).

[5] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 594—606 (1957). Tennessee Valley Authority, Wilson Dam, Ala. (USA).

[6] J. Assoc. off. agric. Chemists **38**, 761 (1955).

[7] Analyt. Chemistry **26**, 1348 (1954); **27**, 1757 (1955); vgl. diese Z. **147**, 35 (1955); **152**, 435 (1956).

Methode gefällt und gewaschen wird. Dann löst man den Niederschlag in Standard-Natronlauge, gibt Formaldehyd zur Bindung des Ammoniaks zu und titriert mit der Lauge bis zur Rotfärbung von Phenolphthalein zu Ende. Bei Anwendung des Titrators erfolgt die Endpunktsbestimmung potentiometrisch, wobei nach den Versuchen der Verff. am besten das Elektrodensystem Platin-Platin/Rhodium angewandt wird. Als Maßflüssigkeit dient carbonatfreie 0,3662 n Natronlauge (1 ml $\cong$ 1 mg P_2O_5), die man zunächst (bis zur Auflösung des Phosphomolybdatniederschlages) rasch zulaufen läßt. Sind dazu weniger als 25 ml Lauge notwendig gewesen, so gibt man 7 ml, bei mehr als 25 ml Lauge 12 ml Formaldehyd zu und stellt dann die Titrationsgeschwindigkeit auf 2,5 –3 ml/min ein. Vergleichende Untersuchungen zeigen, daß die mittels der automatischen Titration erhaltenen Werte besser sind als die nach der offiziellen (ADAC-)Methode gewonnenen Zahlen.— Die Verff. haben die Einflüsse verschieden großer Zusätze an Formaldehyd, Molybdat usw. auf den Verlauf der Titrationskurven genau untersucht. W. Grütz

Zur maßanalytischen Bestimmung von Wasser in Alkoholen nach der Estermethode von E. L. Smith[1] empfiehlt J. Koskikallio[2] an Stelle von Äthylacetat die Verwendung von Dimethyloxalat als Reagens, da dieses wesentlich schneller hydrolysiert als Äthylacetat. Zur Herstellung der $\sim$ 0,2 m Reagenslösung löst man etwa 1,7 g metallisches Natrium in 300 ml Methanol [der Alkohol wird vorher einige Stunden mit Natrium und Aluminium (je 5 g/l) gekocht und anschließend destilliert] und versetzt die erhaltene Lösung mit etwa 8 g Dimethyloxalat (oder auch Diäthyloxalat). Man erhält eine trübe Lösung, die sich beim Stehen klärt. — *Arbeitsweise.* 5,0 ml der Probelösung werden mit 7,5 ml der vorbereiteten Reagenslösung versetzt. Man läßt das Reaktionsgemisch ungefähr 10 min stehen und titriert (Mikrobürette) anschließend den Alkaliüberschuß mit eingestellter 0,2 m Benzoesäurelösung (in absolut trockenem Benzol) unter Verwendung von Kresolrot als Indicator. Der Leerverbrauch der Reagenslösung ist vor jedem Versuch unter den gleichen Bedingungen festzustellen. Die Differenz des Säureverbrauches beim Leerversuch und der eigentlichen Probe entspricht dem Wassergehalt. Nach den mitgeteilten Analysenzahlen beträgt die Genauigkeit der Methode etwa 1%.

K. Machner

Die Bestimmung geringer Mengen Wasser in Essigsäure wird von M. N. Das[3] durchgeführt, indem er mit einer bekannten überschüssigen Menge Essigsäureanhydrid in Anwesenheit von Perchlorsäure als Katalysator versetzt, nach etwa 10 min eine dem Anhydrid etwa äquivalente Menge Anilin zufügt und das überschüssige Anilin mit der gegen Kaliumhydrogenphthalat eingestellten 0,1 n Perchlorsäurelösung in Eisessig unter Verwendung von Methylviolett als Indicator zurücktitriert[4]. Zur Herstellung einer 0,1—0,2 m Lösung von Anilin in wasserfreier Essigsäure versetzt man 1 l Eisessig mit etwa 10 ml Essigsäureanhydrid, läßt das Reaktionsgemisch über Nacht stehen, gibt anschließend frisch über Ätznatron destilliertes Anilin zu und bestimmt den Titer der Lösung durch Titration mit der 0,1 n Perchlorsäurelösung. Die 0,1—0,2 m Lösung von Essigsäureanhydrid in Eisessig enthält 0,001 n Perchlorsäure als Katalysator. Zur Bestimmung der Anhydridkonzentration wird ein aliquoter Teil der Lösung mit einem geringen Überschuß der essigsauren, wasserfreien Anilinlösung versetzt und das über-

[1] J. chem. Soc. (London) **1927**, 1284; vgl. diese Z. **91**, 216 (1933).

[2] Suomen Kemistilehti, Ser. B, **30**, 108—110 (1957). Univ. Helsinki (Finnland).

[3] J. Indian chem. Soc. **34**, 248—250 (1957). Indian Assoc. Cultiv. Sci., Jadavpur, Calcutta (Indien).

[4] Seaman, W., und E. Allen: Analyt. Chemistry **23**, 591 (1951); vgl. diese Z. **137**, 216 (1952/53).

schüssige Anilin nach etwa 5 min mit 0,1 n Perchlorsäure zurücktitriert. Die Anhydridlösung ist nicht titerbeständig und muß vor Gebrauch neu eingestellt werden. Der zur Herstellung der einzelnen Maßlösungen verwendete Eisessig wird über wasserfreiem Calciumsulfat destilliert. — Der Fehler der Methode beträgt nach den mitgeteilten Analysenzahlen weniger als 1%. K. MACHNER

Bodenuntersuchung. *Eine schnelle indirekte Wasserbestimmung in Böden* durch die Messung der elektrischen Leitfähigkeit eines Bodenextraktes beschreiben C. K. HANKOCK und R. L. BURDICK[1]. Sie schütteln den Boden mit einem Äthanol-Acetongemisch aus und entziehen ihm damit das Wasser. Nach Zugabe eines Überschusses an Kochsalz messen sie die elektrische Leitfähigkeit der Lösung und bestimmen so die Salzkonzentration, die wiederum der Wasserkonzentration proportional ist. — *Durchführung.* 10 g feuchter Boden werden mit 100 ml Äthanol-Acetongemisch (7:3) und 10 g Kochsalz 5 min geschüttelt. Man läßt absitzen und mißt die Leitfähigkeit der überstehenden Lösung. Die Bestimmung dauert 7 min. Der Leitfähigkeitstemperaturkoeffizient, der im Äthanol-Aceton-Wasser-Kochsalzsystem etwa $^1/_3$ des eines reinen Wassersystems beträgt, wird berücksichtigt. Auf einer Eichgeraden, die mittels Wassergehaltsbestimmungen im Trockenschrank aufgestellt wird, kann auf Grund der Leitfähigkeitswerte der Wassergehalt abgelesen werden. Die Reproduzierbarkeit der Werte ist gut, so daß die Methode für die Zwecke der praktischen Bodenuntersuchung brauchbar ist.

Bestimmung des austauschbaren Magnesiums in Böden. W. M. SHAW[2] berichtet über die Ergebnisse einer vergleichenden Untersuchung von 32 Analytikern verschiedener Institute, bei der 8 übliche Bestimmungsmethoden auf Magnesiumlösungen in 1 n Ammoniumacetat zur Anwendung kamen. Die Thiazolgelbmethode zeigte Mittelwerte, die den wahren Werten am nächsten kamen, und bei kleinen Konzentrationen stimmten die Ergebnisse verschiedener Analytiker besser überein als bei anderen Methoden. Die flammenphotometrische Magnesiumbestimmung ergab im allgemeinen zu niedrige Werte, es wurden aber im Vergleich zu früheren Untersuchungen schon wesentliche Fortschritte zur Verminderung des Fehlers erzielt. Bei der ÄDTA-Titration und der Magnesiumammoniumphosphattitration erhielt man zu hohe Werte und geringe Übereinstimmung der Ergebnisse verschiedener Analytiker. Mit 8-Hydroxychinolin waren die Werte etwas zu niedrig, stimmten aber gut überein. W. GRÜTZ

Zur Bestimmung von Natrium und Kalium in pflanzlichem Material schließen S. WATANABE und N. YAMAGATA[3] die Probe mit Salpetersäure-Überchlorsäure auf und geben die Lösung durch einen Ionenaustauscher (Dowex 50 X-12), welcher die Alkaliionen adsorbiert. Durch Waschen mit 1 n Salzsäure werden sie wieder eluiert, wobei man Na in den ersten 90 ml und K in den folgenden 180 ml findet. Die Lösungen werden zur Trockne eingedampft und die Rückstände 30 min auf 150° C erhitzt. Dann wird mit Wasser aufgenommen und mit 0,02 n $AgNO_3$-Lösung titriert. Das einfache und genaue Verfahren kann in etwa 8 Std durchgeführt werden. G. DENK

Für die polarographische Bestimmung von Kupfer, Zink und Mangan in Pflanzenaschen verwendet K. YAMAMOTO[4] die Mitfällung dieser Elemente an Eisen-

[1] Soil Sci. **83**, 197—205 (1957). Texas Engineer. Exp. Station (USA).

[2] Proc. Soil Sci. Soc. America **21**, 157—159 (1957). Univ. of Tennessee Agr. Exp. Sta. (USA).

[3] Jap. Analyst **6**, 97—99 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Gunma Univ. (Japan).

[4] Jap. Analyst **6**, 94—97 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Tôhoku Univ.

und Aluminiumhydroxyd. Auf diese Weise werden der Fe-, Cu-, Zn- und Mn-Gehalt der Aschen von *Spinat* von *Houttuynia cordata*, und einigen *Gräsern* ermittelt. — Man bringt die angesäuerte Probelösung durch tropfenweisen Zusatz von Ammoniaklösung auf p_H 7,4, hält auf diesem p_H-Wert, läßt über Nacht stehen, zentrifugiert und löst den Niederschlag in verdünnter Salzsäure. Anschließend konzentriert man mittels Kationenaustauschers, wobei gleichzeitig etwa störende Anionen ausgeschaltet werden. Nachdem man Eisen(III) mit Äther extrahiert hat, wird ein aliquoter Teil der auf ein bestimmtes Volumen gebrachten Lösung in einer Lösung von Weinsäure/Ammoniumchlorid/Ammoniak als Grundelektrolyt polarographiert. Aus dem Ätherextrakt entfernt man Fe durch Schütteln mit Wasser und polarographiert nach Auffüllen einen aliquoten Teil der Lösung in Citronensäure/Natronlauge als Grundelektrolyt. NELLY KONOPIK

Die Empfindlichkeit der flammenphotometrischen Magnesiumbestimmung in Pflanzenmaterial kann nach K. E. KNUTSON[1] gesteigert werden, wenn man zum Nachweis das Licht der Mg I-Linie 2852 Å aus der stark reduzierenden Zone der Flamme nimmt. Gleichzeitig wird der störende Einfluß von Aluminium-, Phosphat- und Sulfationen verringert. Verf. führt die Empfindlichkeitssteigerung auf eine Verschiebung des Gleichgewichtes zwischen MgO und Mg in dieser Zone zurück und kann zeigen, daß bei steigender Intensität der Mg-Bogenlinie die Emission von MgO bei 3721, 3811 und 3850 Å abfällt. Um Licht aus dieser Zone zu erhalten, wird die Flamme mit einem 10 mm breiten horizontalen Spalt abgedeckt, so daß die Flamme nur in dem Bereich von 11—25 mm oberhalb der Brennerspitze zur Belichtung beiträgt. Als Heizgas dient ein Acetylen-Sauerstoffgemisch, bei dem der O_2-Druck derart eingestellt wird, daß 1 ml Flüssigkeit je Minute zerstäubt wird. Der Acetylendruck wird grob auf 0,35 at eingestellt und dann so reguliert, daß die gelbliche Reduktionszone eine Höhe von 45 mm hat. Verf. arbeitet mit einem modifizierten Beckman-DU Spektralphotometer, bei dem allerdings die Kompensationsschaltung ersetzt ist durch eine Ausschlagsablesung auf einem Leeds & Northrup „Speedomax"-Schreiber. Das Signal von einem RCA 1-P-28 Multiplier geht über einen Kathodenfolger auf den Schreiber, der eine kleine Eingangsimpedanz hat. Eine Dunkelstromkompensation ist vorgesehen. Gemessen wird mit einer Spaltbreite von 0,03 mm. — *Probenvorbereitung.* 1 g Probenmaterial wird fein pulverisiert und im Kjeldahl-Kolben mit Salpetersäure und Perchlorsäure versetzt. Die Kieselsäure wird abfiltriert und dann der Überschuß an Perchlorsäure abgeraucht. Der Rest wird in 0,02 m Salzsäure gelöst und auf 100 ml mit der Säure aufgefüllt. Normalerweise werden 15 ml zur Analyse benötigt. Eichkurven sind aufgestellt von 1—1000 ppm, wobei bei den höheren Gehalten der Einfluß der Selbstabsorption sich bemerkbar macht. Bis zu 10 ppm verläuft die Eichkurve linear. Verf. geht noch auf die Störmöglichkeiten ein und findet, daß der Einfluß der Phosphat- und Sulfationen in der reduzierenden Flamme durch die Gegenwart von Calcium stark vermindert werden kann. F. ROSENDAHL

Zur Bestimmung von Fluoriden in Pflanzengeweben, Luft und Wasser haben J. GWIRTSMAN, R. MAVRODINEANU und R. R. COE[2] geeignete Apparaturen und einfache Durchführungsvorschriften angegeben. Als Grundlage dient das bekannte Verfahren von WILLARD und WINTER, bei dem das Fluor als Fluorkieselsäure durch Wasserdampfdestillation aus perchlorsaurer Lösung abgetrennt und im Destillat mit Thoriumnitratlösung unter Verwendung von Natriumalizarinsulfonat als Indicator titriert wird. — *Fluorbestimmung in Pflanzengewebe.* Das Material

[1] Analyst **82**, 241—254 (1957). Forest Res. Inst. Stockholm (Schweden).

[2] Analyt. Chemistry **29**, 887—892 (1957). Boyce Thompson Inst. Plant Res., Inc., Yonkers 3, N.Y. (USA).

wird bei 70—80° C getrocknet (es soll danach nur noch etwa 5% Wasser enthalten) und anschließend fein gemahlen. Je nach dem zu erwartenden Fluorgehalt werden 1—5 g der gemahlenen Probe in einem Nickeltiegel mit etwa 0,3 g fluorfreiem Calciumoxyd versetzt und mit Wasser sorgfältig verrührt. Die erhaltene Suspension muß gegen Phenolphthalein alkalisch reagieren. (Die Analyse kann auch mit frischem Pflanzenmaterial durchgeführt werden, das zerkleinert, mit Calciumoxyd versetzt und in einer Porzellanschale mit dest. Wasser verrührt wird.) Man verdampft zur Trockne, erhitzt den Rückstand 4 Std unter einer Infrarotlampe und verascht anschließend etwa 2 Std im Muffelofen bei 600° C. Die Asche wird mit Ätznatron im Gewichtsverhältnis 1 : 5 vermischt und im elektrischen Ofen bei 600° C 10 min geschmolzen. Man löst die abgekühlte Schmelze in möglichst wenig fluorfreiem dest. Wasser und bringt die Lösung in den in Abb. 1 wiedergegebenen Destillationsteil des Apparates zur Wasserdampfdestillation. (Der gesamte Apparat besteht aus einem mit Wasser gefüllten 2 Literkolben, auf den mit Glasschliff der Destillationsteil aufgesetzt ist. Der obere Schliff dient zur Verbindung mit dem Kühler.) Man gibt zu der nicht mehr als 75 ml betragenden Lösung 0,5 g Glaswolle, 50 ml 70%ige Perchlorsäure und 1—2 ml 25%ige $AgClO_4$-Lösung und destilliert im Wasserdampfstrom bei 135 ± 2° C. Man erhält in 75 min etwa 450—500 ml Destillat, das in einem Gefäß aus Polyäthylen aufgefangen wird. Ein aliquoter Teil des Destillats wird entweder visuell nach einem Rücktitrationsverfahren[1] oder photoelektrisch durch direkte Titration nach folgender Arbeitsweise bestimmt: Man bringt einen aliquoten Teil (250 ml) des Destillats in der Titrationsküvette des photoelektrischen Filterphotometers[2] auf p_H 3,0 ± 0,05 und versetzt mit 2 ml 0,01 oder 0,035%iger Indicatorlösung (Natriumalizarinsulfonat). In die Vergleichsküvette gibt man 250 ml fluorfreies dest. Wasser, stellt durch Zugabe von Salzsäure auf p_H 3,0 ± 0,05 ein und fügt ebenfalls 2 ml Indicatorlösung hinzu. Nachdem der Magnetrührer eingeschaltet und das Anzeigeinstrument auf den Nullpunkt eingestellt ist, titriert man die Probelösung mit eingestellter 0,01 oder 0,00145 n Thoriumnitratlösung, bis ein willkürlich gewählter Galvanometerausschlag (z. B. 25 Teilstriche) erhalten wird. Durch Titration der Vergleichslösung wird der Blindwert bestimmt. An Hand einer Eichkurve wird ausgewertet. Im Bereich von 0—300 μg Fluor verläuft die Kurve linear. — *Zur Bestimmung flüchtiger Fluoride in Luft* saugt man die Luftprobe mit einer Geschwindigkeit von etwa 20 cbm/Std über einen Gaszähler durch ein Absorptionsgefäß, das mit 40—70 ml

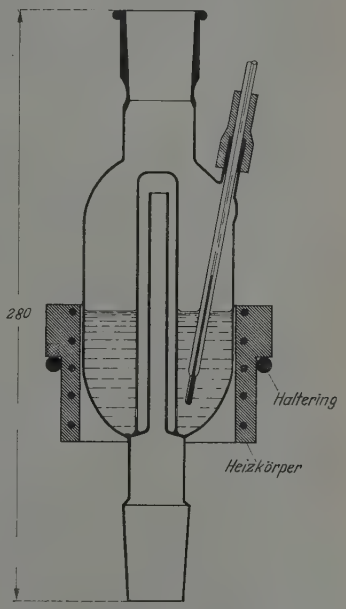

Abb. 1. Destillationsteil des Apparates zur Wasserdampfdestillation nach GWIRTSMAN u. Mitarb.

[1] MAVRODINEANU, R., u. R. R. COE: Contr. Boyce Thompson Inst. 18, 173 (1955).
[2] MAVRODINEANU, R., u. J. GWIRTSMAN: Contr. Boyce Thompson Inst. 18, 181 (1955).

fluorfreiem dest. Wasser beschickt ist. Anschließend spült man die Absorptionsflüssigkeit in die Titrationsküvette, verdünnt mit Wasser auf 250 ml, stellt auf p_H 3,0 ± 0,05 ein, gibt Indicatorlösung hinzu und titriert mit Thoriumnitratlösung photometrisch in der oben beschriebenen Weise oder auch visuell nach dem Rücktitrationsverfahren[1]. Eine Blindwertbestimmung wird durchgeführt. Falls erforderlich (bei Gegenwart störender Verbindungen, z. B. H_2S oder SO_2), wird das Fluor aus der Absorptionsflüssigkeit durch Wasserdampfdestillation abgetrennt und im Destillat bestimmt. — *Zur Fluorbestimmung in Wasser* werden bis zu 50 ml der Probe direkt der Wasserdampfdestillation unterworfen und wie oben beschrieben weiter behandelt. Bei sehr geringem Fluorgehalt dampft man vorher eine entsprechende Wassermenge bei Gegenwart von Calciumoxyd unter einer Infrarotlampe auf 5 ml ein.

K. Machner

Über die Anwendung der Differentialthermoanalyse (DTA) bei der Kohlenuntersuchung berichtet H. Kirsch[2]. Nach einem Überblick über die differentialthermoanalytische Apparatur und die Methodik wird auf die Möglichkeiten der Bestimmung von Kohle- und Berge-Mineralen, die infolge ihrer Feinkörnigkeit oft schwer identifizierbar sind, an Hand von Beispielen hingewiesen. Bei der Ermittlung der akzessorischen Kohlenminerale aus dem Rückstand langsam entkohlter Kohlen führt die DTA zur Identifizierung und halbquantitativen Bestimmung von Tonmineralen, Späten, Schwefelkies und Quarz. Ebenfalls halbquantitativ läßt sich die Zusammensetzung der Berge und Bergemittel (Schiefertone, Sandsteine, carbonatische Konkretionen usw.) feststellen. Weiterhin wird kritisch über die Anwendbarkeit der DTA bei der eigentlichen Kohlenuntersuchung berichtet: Bestimmung der Inkohlungsstufen, Bestimmung der Verkokungseigenschaften und Feststellung der Verbrennungseigenschaften. K. Machner

Zur quantitativen Trennung und Bestimmung von Mono-, Di- und Tristearinen in Mineralöl haben L. J. Ravin, R. J. Meyer und T. Higuchi[3] ein einfaches Verfahren ausgearbeitet. Die Glycerylstearate werden säulenchromatographisch getrennt und im Eluat gewichtsanalytisch bestimmt. — *Arbeitsweise.* Man löst 1—2 g der Probe in einer 70%igen Lösung von frisch destilliertem thiophenfreiem Benzol in gereinigtem Isooctan (99,5%iges Isooctan wird mit Schwefelsäure geschüttelt, danach mit Wasser gewaschen, über Calciumchlorid getrocknet und anschließend destilliert), spült in einen 100 ml-Meßkolben und füllt mit dem Lösungsmittel zur Marke auf. 10 ml der erhaltenen Lösung werden auf eine chromatographische Säule (Länge 450 mm, ⌀ 20 mm) gebracht, die mit 25 g Silicagel (Davison Nr. 922, 200 mesh) gleichmäßig bepackt ist (das Silicagel wird nach dem Einbringen in die Säule mit Isooctan durchfeuchtet). Man wäscht die Probe in die Säule und entwickelt durch aufeinanderfolgende Zugabe von jeweils 60 ml der vier nachstehend genannten Elutionsmittel: Isopropyläther-Isooctan (16 : 84), Isopropyläther, wasserfreier Äthyläther-Isooctan (70 : 30) und absoluter aldehydfreier Äthylalkohol-Isopropyläther (20 : 80). (Der Isopropyläther wird erst mit $FeSO_4$-Lösung, danach mit Wasser gewaschen, anschließend über Natriumsulfat getrocknet und destilliert.) Die Eluate werden in Aluminiumtiegeln in 10 ml-Fraktionen aufgefangen. Die ersten 6 Fraktionen enthalten das Mineralöl, gefolgt von Tri-, Di- und Monostearin. Man läßt die Lösungsmittel langsam verdunsten (innerhalb 24 Std) und wägt die Rückstände. Blindwertbestimmungen werden gleichzeitig durchgeführt. Die Beleganalysen zeigen gute Übereinstimmung mit den erwarteten Werten.

K. Machner

[1] Vgl. Fußnote [1] S. 447.

[2] Brennstoff-Chem. **38**, 87—92 (1957). Petrographisch-Physikalisches Lab. d. Steinkohlenbergbauvereins, Essen.

[3] J. Amer. Oil Chemists' Soc. **34**, 261—263 (1957). Univ. Madison, Wisc. (USA).

Um in Mineralöl gelöste Cellulosederivate colorimetrisch mit *Anthron* zu bestimmen, muß man sie daraus vorher durch Extraktion mit leichtflüchtigen Lösungsmitteln isolieren. E. P. SAMSEL und J. C. ALDRICH[1] teilen hierzu *Verfahren* für Äthylcellulose und Celluloseacetobutyrat mit. 1. Zu 10 ml Mineralleichtöllösung mit 5—50 μg Äthylcellulose fügt man 1 ml Benzol (weil die Standardlösung von Äthylcellulose ebenfalls benzolhaltig ist), schüttelt kräftig mit 5 ml einer Methanol-Wasser-Mischung (95:5 Vol.) durch, klärt durch Zentrifugieren, trennt die Methanol-Wasser-Schicht ab und wiederholt die Extraktion 4mal. Die vereinigten Extrakte dampft man bei 90° C ein. Den Trockenrückstand löst man unter Erwärmen in 2 ml 72%iger Schwefelsäure, verdünnt mit 8 ml Wasser, kühlt, fügt 20 ml Anthronreagens (0,5 g Anthron in 250 ml konz. Schwefelsäure; vor Gebrauch wenigstens 4 Std stehen lassen; nach 12 Std nicht mehr verwenden) hinzu, kühlt nochmals, stellt unter häufigem Umrühren 16 min in ein 90° C warmes Bad, kühlt ab, filtriert durch eine Glasfritte und mißt in einer 5 cm-Küvette die Lichtabsorption bei 625 mμ. Zur Herstellung einer Eichkurve bereitet man eine Standardlösung, indem man 25 mg Äthylcellulose in 500 ml Benzol löst, 50 ml von dieser Lösung auf 500 ml weiter verdünnt und hiervon 50 ml mit Mineralleichtöl nochmals auf 500 ml verdünnt. 1—10 ml von der letzten Lösung unterwirft man derselben Behandlung wie die Analysenlösung, nachdem man das an 10 ml fehlende Volumen durch eine Mineralöl-Benzol-Mischung (9:1 Vol.) ergänzt hat. — 2. Celluloseacetobutyrat in Mineralöl bestimmt man auf dieselbe Weise wie Äthylcellulose, ersetzt dabei aber von den Lösungsmitteln das Benzol durch Äthylendichlorid und die Methanol-Wasser-Mischung durch eine Methanol-Aceton-Mischung (80:20 Vol.).
F. NEUMANN

Zur polarographischen Bestimmung der Methylenblauzahl hochcarboxylierter, regenerierter Cellulosen verwenden I. RUSZNÁK, I. KRÁLIK und K. FUKKER[2] die das Sauerstoffmaximum unterdrückende Wirkung des Methylenblaus in 0,02 m Lösung, in einer Flotte 1 : 100, die 0,001 n an Kaliumchlorid und mit 0,2 n Essigsäure auf einen p_H-Wert von 2,7 eingestellt ist. Die Flotte wird 4 Std geschüttelt und nach Entfernen des Cellulosemusters polarographiert. Da die polarographisch ermittelte Methylenblauzahl bei carboxylierten Cellulosen nicht allein die Chemosorption, sondern auch eine Adsorption anzeigt, wird eine Korrektur erforderlich, die — wie mathematisch-empirische Berechnungen und analytische Versuche übereinstimmend ergeben — als konstanter Betrag von 4,9 Einheiten der Methylenblauzahl angesetzt werden kann. (Die Versuchswerte schwanken von 4,7—5,3.) Die Methode eignet sich nach Vollzug dieser Korrektur auch zur *Bestimmung des Carboxylgehaltes*, wenn das Methylenblau als dreibasisch angenommen wird. — Untersucht wurden Cellulosen mit Carboxylgehalten bis zu 20%. Polarographie und Calciumacetatmethode stehen in guter Übereinstimmung.
K. CRUSE

Anwendung der Polarographie bei der Verfolgung von Polymerisationsprozessen. M. N. PLATONOVA[3] berichtet über die polarographische *Bestimmung von Acrylsäurenitril* ($E_{1/2} = -2{,}05$ V) im Laufe des Polymerisationsvorganges. Es wird der störende Einfluß von Salzen (zur Auslösung der Startreaktion, von Kaliumpersulfat, Dithionit oder Eisenammoniumalaun) auf diese Bestimmung untersucht. Durch größere Verdünnung der Untersuchungslösungen (auf 0,65—5,22 Millimol/l) kann diese Störung weitgehend ausgeschaltet werden.
W. BÖHM

[1] Analyt. Chemistry **29**, 574—576 (1957). Dow Chemical Co., Midland, Mich.
[2] Acta chim. Acad. Sci. hung. **9**, 59—71 (1956). Forsch.-Inst. Textilindustrie u. Techn. Univ. Budapest (Ungarn).
[3] Zavodskaja Laborat. **23**, 539—540 (1957) [Russisch].

Zur Bestimmung von Phthalsäureanhydrid in Glycerinphthalsäure-Ölfarben (Alkydharzen) extrahiert M. L. DAVID[1] mit Äther und fällt aus dieser Lösung das Kaliumphthalatmonoalkoholat aus, welches getrocknet und gewogen wird. — *Ausführung.* Die Probe extrahiert man mit Äther, zentrifugiert, trennt die ätherische Schicht ab und verdampft den Äther. Zur verbleibenden Lösung gibt man die zur Verseifung notwendige Menge 0,5 n alkoholische Kalilauge und erhitzt 1,3 Std auf dem Wasserbad am Rückflußkühler, wobei sich das Kaliumphthalat als Alkoholat kristallisiert abscheidet. Dann kühlt man rasch ab, filtriert durch Glasfritte Nr. 3, wäscht zunächst mit einem Alkohol-Äthergemisch (3 : 1) und anschließend mit reinem Äther, trocknet 15 min bei 100° C und wägt (p_1). Dann erhitzt man den Tiegel 3 Std auf 120° C oder 15 Std auf 100° C und wägt wieder (p_2). Den Niederschlag löst man nun mit Wasser und trocknet den Tiegel bei 100° C zur Gewichtskonstanz (p). Der Gehalt an Phthalsäureanhydrid ist 0,514 (p_1—p) oder 0,612 (p_2—p). Die beiden Werte unterscheiden sich um nicht mehr als 0,2—0,3%.

G. DENK

Einen systematischen Gang für die qualitative Analyse anionischer oberflächenaktiver Substanzen im Halbmikromaßstab beschreiben H. HOLNESS und W. R. STONE[2]. Die gegen Kongorot gerade sauer reagierende Lösung der Probe mit 20 mg aktiver Substanz in 1 ml Wasser wird zunächst mit 0,5 ml eines Gemisches aus Petroläther und Diäthyläther (1:1) extrahiert. Dann wird die wäßrige Schicht mit 15%iger Sodalösung gegen Lackmus alkalisch gemacht und mit 0,5 ml tertiärem Butanol geschüttelt. Man setzt Natriumchlorid bis zur Sättigung zu und zentrifugiert. Die Extraktion wird 2mal mit 0,5 ml tert.-Butanol wiederholt. Die alkoholischen Auszüge, welche die aktive Substanz enthalten, werden nach dem Trocknen mit Na_2SO_4 zur Trockne eingedampft. Die Alkoholreste werden mit n-Hexan entfernt. — Zum Nachweis, für dessen genaue Ausführung auf das Original verwiesen wird, werden folgende Gruppenreagentien verwendet: 1. Disulfinblau V 200-Dimidiumbromid-Natriumacetat-Salzsäure. 2. Disulfinblau V 200-Dimidiumbromid-Borsäure-KCl-NaOH. 3. Ammoniumkobalt(II)-thiocyanat. 4. Genochrom-Natriummetabisulfit + Natriumperjodat + Na_2CO_3. 5. Sulfanilsäure-Salzsäure + $NaNO_2$. 6. Eulan NK. Aus den bei den Reaktionen auftretenden Färbungen kann auf etwa 20 verschiedene aktive Substanzen, hauptsächlich Sulfate und Sulfonate, geschlossen werden.

G. DENK

Gummi. *Bei der Bestimmung von freiem Schwefel in Gummi nach der Sulfitmethode* ist der Endpunkt der jodometrischen Titration nach Versuchen von E. P. CHERASKOVA, N. A. OCHAPKINA und V. N. PROVOROV[3] nicht erkennbar, wenn das Gummi größere Mengen Tetramethylthiuramdisulfid enthält. Sie adsorbieren dieses daher bei der Bestimmung an Aktivkohle. — *Analysengang.* 2 g Einwaage des zerkleinerten Gummis werden in einem Erlenmeyer-Kolben mit 100 ml 5%iger Natriumsulfitlösung durch 2stündiges Kochen aufgeschlossen. Nach Abkühlung gibt man 3 g Aktivkohle zu und läßt bei Zimmertemperatur 30 min stehen, wobei man hin und wieder umschüttelt. Dann wird filtriert und das Filter dreimal mit Wasser gewaschen. Zum Filtrat gibt man 5 ml Formalin, säuert nach 5 min mit 20%iger Essigsäure an und titriert mit 0,1 n Jodlösung gegen Stärke. Parallel wird ein Blindversuch ausgeführt.

W. BÖHM

[1] Chim. analytique **39**, 61—62 (1957). Lab. de la S.N.C.F.

[2] Analyst **82**, 166—176 (1957). Technical College Walthamstow, London.

[3] Zavodskaja Laborat. **23**, 798—800 (1957) [Russisch]. Wiss. Forsch.-Inst. f. Gummierzeugnisse des breiten Verbrauches.

Die quantitative Bestimmung der Antioxydantien Phenyl-1-naphthylamin und Phenyl-2-naphthylamin in Gummiprodukten wird von J. W. H. Zijp[1] im Anschluß an frühere Arbeiten über den qualitativen Nachweis dieser Verbindungen[2] beschrieben. Die Bestimmung wird nach einer papierchromatographischen Trennung colorimetrisch durchgeführt, indem man in saurer Lösung mit diazotierter Sulfanilsäure zu einer violetten bzw. rötlichen Farbverbindung umsetzt, deren Absorptionsmaxima bei 570 bzw. 500 mμ liegen. — *Arbeitsweise.* 1—2 g der fein gemahlenen Gummiprobe werden im Soxhletapparat 8 Std mit Benzol extrahiert (nichtvulkanisierte Produkte extrahiert man mit einem Gemisch aus gleichen Teilen Benzol und Alkohol). Der Extrakt wird eingedampft, der Eindampfrückstand in einen 10 ml-Meßkolben übergespült und mit Benzol zur Marke aufgefüllt. Ein aliquoter Teil der erhaltenen Lösung wird mit Hilfe einer Mikropipette auf die Startlinie eines vollständig acetylierten Filterpapierstreifens (Whatman Nr. 1)[3] aufgetragen. Man läßt das Lösungsmittel verdampfen und entwickelt anschließend in aufsteigender Richtung unter Verwendung von Alkohol-Benzol (1 : 1) als beweglicher Phase über eine Laufzeit von 16 Std. Die getrockneten Chromatogramme werden im UV-Licht beobachtet und die Flecke gekennzeichnet (für Phenyl-2-naphthylamin ist ein R_f-Wert von 0,64 angegeben). Sie werden ausgeschnitten und 90 min mit heißem Alkohol extrahiert. Man spült die Eluate mit Alkohol in 25 ml-Meßkolben, gibt 5 ml einer frischbereiteten Reagenslösung zu [eine 0,05%ige Lösung von diazotierter Sulfanilsäure in einem Gemisch aus Alkohol, Wasser und 8 n Salzsäure (1 : 1 : 2)], füllt mit Alkohol zur Marke auf und mißt nach genau 15 min die Extinktionen der erhaltenen Farbsalzlösungen bei den oben genannten Wellenlängen gegen einen Blindwert. Zum Aufstellen der Eichkurven wird das Phenyl-1-naphthylamin durch Perkolation in Leichtpetroleum über einer Säule aus Alaunerde gereinigt; das Phenyl-2-naphthylamin wird aus Äthanol umkristallisiert. Die einzelnen Arbeiten sollen möglichst im Dunkeln ausgeführt werden. Die Genauigkeit der Methode ist mit 2% angegeben.

Die quantitative Bestimmung von N,N'-Diphenyl-p-phenylendiamin, N,N'-Di-2-naphthyl-p-phenylendiamin und N-Phenyl-N'-cyclohexyl-p-phenylendiamin in Gummiprodukten wird von J. W. H. Zijp[4] nach papierchromatographischer Trennung auf acetyliertem Filterpapier ebenfalls colorimetrisch durchgeführt. Als Farbreagens wird ein 4%ige Lösung von Benzoylperoxyd in Benzol verwendet. Man erhält die entsprechenden p-Chinondiimine, deren Absorptionsmaxima bei 450, 500 bzw. 430 mμ liegen. Die Extraktion der Gummiprobe sowie die papierchromatographische Trennung der genannten Antioxydantien wird nach der oben angegebenen Methode[1] durchgeführt. (Zur Bestimmung von N,N'-Di-2-naphthyl-p-phenylendiamin wird der Benzolextrakt jedoch in einen 25 ml-Meßkolben übergespült, da diese Verbindung in den meisten organischen Lösungsmitteln nur schwer löslich ist.) Nachstehend sind die R_f-Werte der einzelnen Verbindungen genannt: 0,56; 0,55 bzw. 0,73. Zur Extraktion der ausgeschnittenen Flecke (N-Phenyl-N'-cyclohexyl-p-phenylendiamin ist im UV-Licht nicht sichtbar) wird an Stelle von Alkohol warmes Benzol verwendet. Die Eluate werden mit Benzol in 25 ml-Meßkolben gespült, mit 1 ml Reagenslösung versetzt, mit Benzol zur Marke aufgefüllt und gegen eine Blindlösung colorimetriert. An Hand von Eichkurven wird ausgewertet. K. Machner

[1] Recueil Trav. chim. Pays-Bas **76**, 313—316 (1957). T.N.O., Delft (Holland).

[2] Zijp, J. W. H.: Recueil Trav. chim. Pays-Bas **75**, 1129 (1956); vgl. diese Z. **157**, 386 (1957).

[3] Zijp, J. W. H.: Chem. Weekbl. **51**, 457 (1955); vgl. diese Z. **150**, 427 (1956).

[4] Recueil. Trav. chim. Pays-Bas **76**, 317—320 (1957).

Über die Zerlegung von Kohlenwasserstoff-Gemischen mit Hilfe adsorptiver und präparativer Methoden und deren Anwendung auf Wachse berichten G. Spengler und G. Hauf[1]. Zur Zerlegung der Wachse werden folgende Trennstufen ausgewählt und eingehend untersucht: 1. Abtrennung der Ester, Alkohole, Carbonsäuren und Lactone von den Kohlenwasserstoffen; 2. Abtrennung der Aromaten von den aliphatischen Kohlenwasserstoffen und Naphthenen; 3. Abtrennung der Olefine von den Paraffinen und Naphthenen; 4. Trennung der Paraffine und Naphthene in geradkettige Paraffine einerseits und verzweigte Paraffine und Naphthene andererseits; 5. Zerlegung der geradkettigen Paraffine nach dem Molekulargewicht. — Die Trennung der Kohlenwasserstoffe von den übrigen Verbindungsklassen wird nach einer bereits früher angegebenen Methode[2] durchgeführt. Dabei werden die Ester, Alkohole, Carbonsäuren und Lactone durch Adsorption an Silicagel vollständig entfernt. Auch die Abtrennung der Aromaten von den aliphatischen Kohlenwasserstoffen und Naphthenen kann nach dieser Methode erfolgen. Da aromatische Kohlenwasserstoffe aber weniger stark adsorbiert werden, wird das Eluat in mehreren Fraktionen aufgefangen, die auf ihren Aromatengehalt mit Hilfe der Infrarotspektrographie geprüft werden. Zur Abtrennung der Olefine von den Paraffinen und Naphthenen wird zunächst die Anreicherung der Olefine durch Adsorption an Silicagel empfohlen. Aus dem letzten Teil der Paraffinfraktion, der schon merkliche Mengen an Olefinen enthält, werden dann die ungesättigten Verbindungen durch Addition von Quecksilberacetat an die Doppelbindung entfernt. Die Abtrennung der n-Paraffine von den iso-Paraffinen und Naphthenen kann durch eine fraktionierte Harnstoff-Fällung erreicht werden. Dabei wird ähnlich der von W. Hessler und G. Meinhardt[3] ausgearbeiteten Methode verfahren. Der Gehalt naphthenisch gebundenen Kohlenstoffs wird mit der n-d-M-Methode bestimmt. Zur Zerlegung der geradkettigen Paraffine wird die Adsorption an Aktivkohle empfohlen. Dazu wird die von W. Grassmann und G. Deffner[4] entwickelte Apparatur mit einigen Abänderungen verwendet. Die Aktivkohle wird in die Säule (Länge 160 cm, ∅ 4,0 cm) eingeschlämmt. Es wird aufsteigend unter Verwendung von Trichloräthylen als beweglicher Phase eluiert. Die gewünschte Adsorptionstemperatur (33—35° C) wird durch Erwärmen der Säule mit einer Heizwicklung erreicht. Durch Messen der Brechungszahl und des Schmelzpunktes der einzelnen Fraktionen kann der Verlauf der Trennung verfolgt werden. — Wegen Einzelheiten in der Durchführung der Bestimmungen kann auf die ausführlichen Beschreibungen in der Originalarbeit verwiesen werden.

K. Machner

Über den Nachweis von aromatischen Oxysäuren neben ihren Estern und Phenolen in pflanzlichen Extrakten aus den UV-Absorptionsspektren berichtet L. Jurd[5]. Grundlage des Verfahrens ist der hypsochrome Effekt der freien Säuren in alkoholischer Natriumacetatlösung. Ester und Phenole zeigen unter diesen Bedingungen keine Verschiebung der Absorptionsspektren nach kürzeren Wellen. In alkoholischer Natriumäthylatlösung ergeben sowohl die Säuren als auch die Ester und Phenole eine Rotverschiebung der Spektren, die allerdings bei den Säuren durch die Hypsochromie der Carboxylgruppe verringert ist. Die Methode ist auch bei papierchromatographischen Trennungen anwendbar, wie am Beispiel der *Gallussäure* gezeigt wird. (Verschiebung des Absorptionsmaximums von 278 mμ zu

[1] Fette u. Seifen **59**, 509—514 (1957).

[2] Spengler, G., u. E. Wöllner: Fette u. Seifen **56**, 775 (1954); **57**, 5 (1955); vgl. diese Z. **149**, 456 (1956).

[3] Fette u. Seifen **55**, 441, 855 (1953); vgl. diese Z. **144**, 68, 69 (1955).

[4] Chemiker-Ztg. **76**, 623 (1952); vgl. diese Z. **140**, 139 (1953).

[5] Arch. Biochem. Biophysics **66**, 284—288 (1957). Univ. Los Angeles, Calif. (USA).

263 mμ nach Behandlung mit Natriumacetat). Die Arbeit enthält die Absorptionsspektren der *p-Cumarinsäure* und des Methylesters in verschiedenen Lösungsmitteln und ferner eine Tabelle der untersuchten Oxysäuren und Ester mit den entsprechenden Absorptionsmaxima. H. Specker

Zur Bestimmung von Phytin (Meso-inosit-hexaorthophosphorsäure) vergleichen J. Schormüller, R. Höhne und G. Würdig[1] zahlreiche bekannte Methoden bezüglich des Arbeitsaufwands, der Genauigkeit, Reproduzierbarkeit und des jeweils zweckmäßigsten Anwendungsbereiches. Nur wenige (umständliche und ungenaue) Verfahren sind auf der Bestimmung der Inositkomponente gegründet. Bei den meisten wird der Phosphorsäuregehalt ermittelt, und zwar teils unmittelbar, teils mittelbar über den Eisengehalt der schwer löslichen Phytin-Eisenverbindung. Am zuverlässigsten finden die Verff. die folgende verbesserte Form („Standardmethode") des Verfahrens von R. A. McCance und E. M. Widdowson[2]. 20 ml 0,13 n salzsaure Lösung mit etwa 0,1 mg Phytinphosphor je Milliliter versetzt man mit 4 ml einer 1 n salzsauren Eisen(III)-chloridlösung mit 1 mg Fe/ml, erwärmt 30 min im siedenden Wasserbad, läßt über Nacht stehen, zentrifugiert, wäscht mit 5 ml und dann mit 2 ml 0,5 n Salzsäure, löst den Niederschlag in 3 ml konz. Schwefelsäure, verascht naß unter Zusatz von Perhydrol, löst den Rückstand in wenig Wasser, erwärmt zur Zerstörung etwa gebildeter Metaphosphorsäure 15 min im Wasserbad, neutralisiert gegen p-Nitrophenol und ermittelt colorimetrisch (Molybdänblau) den Phosphorgehalt. Die Fehlerbreite beträgt ungefähr 1%. — Für Relativmessungen an gleichartigem Ausgangsmaterial und für Reihenuntersuchungen eignet sich am besten die Ermittlung des Eisenäquivalentes vom Phytinphosphor, wozu die Verff. die colorimetrische Methode mit α,α′-Dipyridyl nach F. Feigl, P. Krumholz und H. Hamburg[3] sowie nach R. Hill[4] und die *potentiometrische Titrationsmethode* empfehlen. Für die letztere verdünnt man 20 ml phytinhaltige Lösung mit 50 ml Wasser, setzt Salzsäure bis zu einer Normalität von 0,17 hinzu, erwärmt auf 70—80° C und titriert unter lebhaftem Rühren mit einer 0,6%igen Salzsäure enthaltenden Eisen(III)-chloridlösung (0,05—0,2% Fe^{3+}), welche man anfangs in größeren (je 1,0 ml), zuletzt in kleineren Anteilen (0,2 ml) bis zum Wendepunkt der Potential-ml-Kurve hinzufügt. Eine solche Titration dauert weniger als 1 Std und gestattet eine schärfere Endpunktserkennung als bei Verwendung von Farbindicatoren. Bei Naturprodukten entspricht 1 mg Fe im Mittel 1,11 mg Phytinphosphor. — Um klare *Phytinextrakte* aus Pflanzenmaterial zu gewinnen, schüttelt man 5 g feingemahlene Probe (mit etwa 10 mg Phytin-P) 3 Std bei Raumtemperatur mit 50 ml 0,5 n Salzsäure, stumpft die Säure mit 3 ml 4 n Natronlauge ab, klärt nach Carrez mit 3 ml 15%iger Kaliumhexacyanoferrat(II)-lösung und 3 ml 30%iger Zinksulfatlösung, verdünnt auf 100 ml und zentrifugiert. F. Neumann

Bei der Standardbestimmung von Chlorophyll erfolgt bekanntlich zunächst eine Extraktion des Pigments. Eine unvollständige Extraktion führt zu beachtlichen Fehlern. Ch. S. Yentsch[5] vermeidet daher die Extraktion bei der Chlorophyllbestimmung in Algal-Kulturen: Man filtriert eine bestimmte Menge der Kultur durch ein feinporiges Filter (millipore-type 'AA' Filter, ⌀ 47 mm), trocknet das Filter 10 min bei 85° C, legt es auf ein Deckglas und macht es mit einigen Tropfen

[1] Dtsch. Lebensmittel Rdsch. **52**, 213—224 (1956).

[2] Biochemic. J. **29**, 2694 (1935).

[3] Diese Z. **90**, 199 (1932).

[4] Proc. Roy. Soc. (London) Ser. B, **107**, 205 (1933); vgl. diese Z. **98**, 383 (1934).

[5] Nature (Lond.) **179**, 1302—1304 (1957). Woods Hole Oceanographic Inst., Mass. (USA).

Zedernöl transparent. Dann wird eine zweite Glasplatte daraufgedrückt, überstehendes Papier abgeschnitten und die Absorption im Spektrophotometer bei 670 mμ (Absorption des Chlorophylls + Streuung durch Öl und Filter) und bei 750 mμ (Streuung) gemessen. Aus der Differenz berechnet man den Chlorophyllgehalt. Die Methode ist empfindlicher als die Extraktionsmethode. EVA NEUHAUS

Bestimmungsmethoden von Phytol und Phytadien haben E. KNOBLOCH, F. JANČÍK, V. JANATA, E. KRAUS, D. NĚMCOVÁ und Z. BACÍK[1] ausgearbeitet. Auf Grund des Infrarotspektrums eignen sich zur quantitativen Bestimmung von Phytol die Absorptionsbanden bei 3360 cm^{-1} und 990 cm^{-1}. Für die erste Absorptionsbande besteht allerdings keine lineare Beziehung zwischen Konzentration und Extinktion, so daß genügende Bestimmungsgenauigkeit nur in dem engen Bereich von 8—12% Phytol erreicht wird. Phytadien hat bei 3360 cm^{-1} keine Absorptionsbande, es absorbiert aber spezifisch bei 890 cm^{-1} und kann bei dieser Frequenz neben Phytin bestimmt werden. Ein chemisches Bestimmungsverfahren für Phytol beruht auf der quantitativen Acetylierung. — *Ausführung.* Ein reines Standardpräparat von Phytol kann aus dem im Handel befindlichen Rohprodukt aus Brennesselmehl durch Filtrieren der ätherischen Lösung durch eine Säule aus Magnesiumoxyd und Aluminiumoxyd (1 : 1), Verdampfen des Äthers, Molekulardestillation des Rückstandes bei etwa 10^{-3} mm Druck und Chromatographie der Fraktion mit dem höchsten Gehalt auf einer Aluminiumoxydsäule erhalten werden. Für die Herstellung von Phytadien wird ein Verfahren beschrieben, das auf der thermischen Zersetzung des Phytylesters der Oxalsäure beruht. — *Bestimmung durch Acetylierung.* Man versetzt 0,3 g Phytol mit 1,5 g Acetylierungsreagens (12 g Essigsäureanhydrid + 88 g trockenes Pyridin), erhitzt im geschlossenen Gefäß 10 min im kochenden Wasserbad, verdünnt nach dem Abkühlen mit etwa 10 ml Wasser und titriert mit 0,5 n Natronlauge bis zur bleibenden Rotfärbung von zugesetztem Phenolphthalein. Ein Reagentienblindwert wird gleichzeitig festgestellt. — *IR-Messung.* Für die Messungen bei 990 cm^{-1} dient die Phytinlösung in Chloroform, für die Messungen bei 3360 cm^{-1} die Lösung in Tetrachlorkohlenstoff, Phytadien wird für die Messungen bei 890 cm^{-1} in Cyclohexan oder Schwefelkohlenstoff gelöst. Alle Messungen erfolgen in 0,1 mm-Küvetten. A. KURTENACKER

3. Analysenmethoden auf dem Gebiete der Pharmazie

Über die Säure-Base-Titration in nichtwäßrigem Medium und ihre Anwendung auf pharmazeutisch verwendete Verbindungen geben H. BRÄUNIGER und L. HONERJÄGER[2] einen ausführlichen Überblick. Es wird über die Wahl des geeigneten Lösungsmittels, über Titrationsflüssigkeiten und Endpunktsbestimmungen berichtet. Das Lösungsmittel soll, besonders in Fällen der Titration einer schwach basisch oder schwach sauer reagierenden Substanz, diese basischen bzw. sauren Eigenschaften des Titranden hervorheben. Im allgemeinen wird von einem Lösungsmittel ausreichendes Lösungsvermögen für die zu titrierende Substanz selbst, oft auch für das Titrationsendprodukt, und die Möglichkeit der Bestimmung des Äquivalenzpunktes verlangt. Die visuelle und auch die potentiometrische Endpunktsbestimmung ist in Lösungsmitteln mit niedrigen Dielektrizitätskonstanten genauer, wodurch die Verwendung von Maßlösungen auch geringer Normalität ermöglicht wird. Andererseits ist aber für die Durchführung potentiometrischer Messungen eine nicht zu

[1] Chem. Listy **51**, 1379—1381 (1957) [Tschechisch]; Collect. czechoslov. chem. Commun. **23**, 136—139 (1958). Forsch.-Inst. f. Pharm. u. Biochem. Prag (ČSR).

[2] Pharmazie **12**, 381—391 (1957). Univ. Rostock.

geringe Leitfähigkeit erforderlich, so daß in einigen Fällen Lösungsmittelgemische, die sowohl gute Lösungseigenschaften als auch die Vorteile höherer Leitfähigkeit in sich vereinigen, vorzuziehen sind. Als Titrierflüssigkeiten dienen möglichst starke Säuren (z. B. Perchlorsäure) für die Bestimmung basisch reagierender Substanzen und analog sehr stark basisch wirkende Verbindungen (z. B. Alkalimetallalkylate) zur Titration sauer reagierender Substanzen. Wegen Einzelheiten über die Anwendungsmöglichkeiten sowie über praktische Erfahrungen, die bei Säure-Base-Titrationen in nichtwäßrigem Medium besonders von pharmazeutisch verwendeten Verbindungen gemacht worden sind, kann auf die ausführlichen Angaben in der Originalarbeit verwiesen werden (107 Literaturzitate). K. Machner

Die alkalimetrische Bestimmung pharmazeutisch wichtiger organischer Basen nach deren Fällung mit Tetraphenyloborat (TPB) beschreiben J.-A. Gautier, J. Renault und F. Pellerin[1] in Fortführung früherer Untersuchungen[2]. Man löst etwa 0,25 Milliäquivalent der Base oder ihres Salzes in durch Zusatz von 1% Essigsäure auf p_H 4—5 angesäuertem Wasser, gibt 5 Tropfen 10%ige wäßrige Aluminiumchloridlösung zu und erwärmt die Lösung auf 40—50° C. Dann fügt man unter ständigem Umschwenken tropfenweise das 1,5fache der berechneten Menge TPB-Lösung (siehe unten) zu, hält die Temperatur des Reaktionsansatzes weitere 30 min auf 40—50° C, filtriert nach dem Abkühlen durch ein Allihn-Filter, wäscht den Rückstand 5—6mal mit je 5 ml 1%iger Essigsäure aus und trocknet ihn. Nun löst man mit Portionen von 1 ml Aceton den Rückstand quantitativ in einen Kolben, entfernt das Aceton durch Erwärmen im Vakuum auf 60° C und löst den Rückstand unter leichtem Erwärmen in 10 ml wasserfreier Essigsäure. Nach dem Abkühlen setzt man 1 Tropfen einer 1%igen Lösung von Methylviolett in Eisessig zu (bei Eserin verwendet man die etwa 0,5%ige gesättigte Lösung von Tropäolin 00 in Eisessig) und titriert mit 0,05 n Perchlorsäure-Eisessiglösung[3] auf Grün (bei Tropäolin 00 auf Rosa). Dann bestimmt man den Blindwert des Eisessigs, der bei der Berechnung zu berücksichtigen ist. Das Original enthält eine Tabelle mit den Fehlergrenzen der wichtigsten *Alkaloide* und *Therapeutica*. Für Adrenalin, Emetin und Ephedrin ist das Verfahren wegen der zu hohen Löslichkeit der TPB-Verbindungen dieser Alkaloide nicht anwendbar. Ebenso stören K- und NH_4-ion. *TPB-Lösung.* Man löst 1 g TPB-Natrium in 100 ml Wasser, schüttelt die Lösung zur Klärung mit 0,5 g Aluminiumhydroxyd und filtriert. K. Söllner

Colorimetrische Bestimmung von organischen Basen. Nach M. Horioka[4] setzt man die organischen Basen in wäßriger Lösung mit einem Sulfophthaleinfarbstoff um, schüttelt das sich bildende Farbstoffaddukt mit einem organischen Lösungsmittel aus und colorimetriert die gefärbte organische Phase. Der Verf. prüfte die Bedingungen für diese Bestimmung bei *DL-Methylephedrinhydrochlorid* und *Ephedrinhydrochlorid* und fand, daß sich als Farbstoffkomponente Bromthymolblau (I), bzw. Bromkresolgrün (II) oder Bromkresolpurpur (III) eignet, während als Extraktionsmittel Äthylendichlorid bzw. Chloroform in Frage kommen. Die optische Dichte der extrahierten Lösung variiert stark mit dem p_H-Wert der wäßrigen Lösung. Die gefundene optische Dichte ist weiterhin abhängig vom Verteilungs-

[1] Ann. pharmac. franç. **14**, 337—340 (1956). Fac. Pharmacie, Paris (Frankreich).

[2] Gautier, J.-A., J. Renault und F. Pellerin: Ann. pharmac. franç. **13**, 725 (1955); vgl. diese Z. **155**, 293 (1957).

[3] Gautier, J.-A., und F. Pellerin: Ann. pharmac. franç. **10**, 401 (1952); vgl. diese Z. **143**, 388 (1954).

[4] J. pharmac. Soc. Japan **77**, 200—206 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Univ. Tokyo (Japan).

koeffizienten zwischen wäßriger und organischer Phase, vom p_{K_b}-Wert und der Art des Amins sowie von u. U. vorhandenen hydrophylen Gruppen. — Zur quantitativen Bestimmung muß man für das betreffende Amin eine Eichkurve herstellen und hiervon den Blindwert der extrahierten Lösung, der ebenfalls stark p_H-abhängig ist, abziehen.

Sympaticuswirksame Amine in pharmazeutischen Zubereitungen lassen sich, wie M. Horioka[1] fand, nach seiner vorstehend beschriebenen Methode bestimmen, wenn man das Amin bei p_H 5,6 mit Bromkresolgrün (0,1%ige Lösung) umsetzt, das entstandene Farbaddukt mit Chloroform ausschüttelt und sodann bei 617 mμ colorimetriert. Die experimentell gefundene optische Dichte ist von Amin zu Amin verschieden. Anwesende Hydroxylgruppen setzen die Löslichkeit des Farbaddukts in der organischen Phase sehr herab. Verbindungen, die üblicherweise in pharmazeutischen Zubereitungen vorkommen, stören nicht. G. Kainz

Zur Bestimmung von Bromoform in verschiedenen Arzneimitteln empfehlen V. Volková und F. Icha[2] die polarographische Methode. Das Bromoform verhält sich in wäßrig-äthanolischen Lösungen analog den anderen Halogenderivaten. Verff. arbeiten nach der Methode der Standardzusätze. Der Sauerstoff wird mit Sulfit beseitigt. Bei der Untersuchung von Sirup muß darauf geachtet werden, daß die Einwaagen von beiden Lösungen (mit Zusatz und ohne Zusatz des Standards) die gleichen sind, denn sonst ergeben sich wegen der verschiedenen Viscosität der Lösungen nicht reproduzierbare Resultate. Es wird in zwei Meßkolben (zu 10 ml) gearbeitet, in die man je 2,5 ml 0,4 m NaBr-Lösung, 0,25 ml frisch gesättigte Na-Sulfitlösung und 0,5—1 ml Muster pipettiert. In den 1. Meßkolben gibt man 0,5 bis 1 ml der äthanolischen Standardlösung (etwa 80 mg $CHBr_3$ in 25 ml 96%igem Äthanol) in 96%igem Weingeist, in den 2. Kolben ebenso viel Äthanol und ergänzt mit Wasser zur Marke. Man läßt 5—10 min zur Entfernung des Sauerstoffs stehen und polarographiert nach Gelatinezusatz auf die übliche Weise. Die Anwesenheit von Extrakten, verschiedenen Tinkturen, Alkaloiden und Chloroform stört bei der Bestimmung nicht. Z. Stejskal

Zur Bestimmung von cis-β-Methoxy-α-äthoxymethylacrylonitril (MEMAN) empfehlen B. Buděšínský und E. Vaníčková[3] eine bromometrische Methode. Da die cis-Verbindung eine größere Reaktivität gegen Brom aufweist, als das trans-Isomere, kann die Bestimmung auch in Anwesenheit dieser Verbindung durchgeführt werden. Auch Acrylnitril stört nicht. Die beiden Isomeren stellen bedeutende Zwischenprodukte der Synthese von Vitamin B_1 dar. — *Ausführung.* Man löst 15—30 mg cis-MEMAN in 5 ml Eisessig und versetzt nacheinander mit 3 ml 2,5%iger Lösung von Pyridin und 3 ml 2,5%iger Lösung von Quecksilberacetat in Eisessig. Nach dem Durchmischen werden 10 ml 0,05 n Bromlösung in Eisessig zugegeben. Nach 2 min setzt man 5 ml 20%ige KJ-Lösung und 20 ml Wasser zu und titriert sofort mit 0,05 n Thiosulfatlösung. Die ganze Arbeit soll schnell durchgeführt werden (etwa 5 min). Es muß ein Blindversuch durchgeführt werden. 1 ml 0,05 n $Na_2S_2O_3$-Lösung entspricht 3,5292 mg cis-MEMAN. Z. Stejskal

---

[1] J. pharmac. Soc. Japan **77**, 206—209 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. refer.)

[2] Československ. Farmac. **6**, 141—145 (1957) [Tschechisch]. (Mit dtsch., engl. u. russ. Zus.fass.) Polarogr. Inst. Akad. Wiss. Prag (ČSR).

[3] Československ. Farmac. **6**, 305—307 (1957) [Tschechisch]. (Mit dtsch. u. engl. Zus.fass.) Forsch.-Inst. f. Pharm. u. Biochem. Prag (ČSR).

Senföle in Pflanzen. Im Anschluß an eine Erörterung der genetischen Zuordnung verschiedener Brassica-Arten berichtet P. DELAVEAU[1] über papierchromatographische Untersuchungen an den mittels Wasserdampfdestillation und Ätherextraktion aus den Samen von *Brassica nigra* und *Brassica juncea* isolierten Senfölen. Die Senföle wurden in die entsprechenden Thioharnstoffderivate übergeführt und im fertigen Chromatogramm mit ammoniakalischer Silbernitratlösung entwickelt. In beiden Fällen konnte mit Sicherheit nur *Allylsenföl* nachgewiesen werden.

In einer zweiten Arbeit teilt P. DELAVEAU[2] die Ergebnisse analoger papierchromatographischer Untersuchungen an Samenextrakten von *Brassica rapa*, *Brassica napus* und *Brassica oleracea* mit. Die Senföle wurden nach Überführung in die entsprechenden Thiocarbamide absteigend mit Drei- und Vierstofflaufmitteln chromatographiert (Benzol, Toluol, Xylol-Äthylacetat-Äthanol, Aceton-Wasser; Tabelle der Zusammensetzung und der R_f-Werte im Original). In den obengenannten Brassica-Arten wurden *Allylsenföl*, *Butenylsenföl*, *Pentenylsenföl und Phenyläthylsenföl* nachgewiesen. Eine sichere Zuordnung der Arten erscheint aber wegen der je nach Standort und Kulturbedingungen des Pflanzenmaterials schwankenden Befunde recht schwierig. H. HARTKAMP

Für die mikrochemische Identifizierung von Barbitalen als Kupferammoniakkomplexe benutzt H. M. ROMIJN[3] als Reagenslösungen a) 1%ige bzw. b) 10%ige Lösungen von Kupferacetat in 25%igem Ammoniak. Bringt man zu einem, etwa 0,5—1 mg eines Barbitals (Bl) enthaltenden Tropfen Wasser einen Tropfen von a) oder b), so bilden sich innerhalb einiger Minuten charakteristisch geformte und gefärbte Kristalle, die die Identifizierung der Bl ermöglichen. Das Original enthält Zeichnungen der mit beiden Lösungen auftretenden Kristallformen folgender 15 Bl: *Hepto-*, *Allo-*, *Isobutylallyl-*, *Pheno-Bl*, *Bl. Apro-*, *Cyclo-*, *Cycloheptanyl-*, *Propyl-*, *Buto-*, *Isoamyläthyl-*, *Pento-*, *sek.-Butylbromallyl-*, *Hexo- und Methylphenol-Bl.* Die Reagentien ergeben auch mit Sulfaverbindungen und anderen Stickstoffverbindungen sowie mit vielen organischen Säuren charakteristische Kristallisationen (vgl. Original). K. SÖLLNER

Zur Analyse von Barbituraten eignen sich nach A. JINDRA und F. BALÁK[4] die stark basischen Anionenaustauscher Amberlite IRA 400 und Lewatit MN, welche die Barbiturate aus alkoholischem Medium quantitativ binden. Durch Säuren, am besten 0,2 m Essigsäure werden die Stoffe wieder frei. — *Ausführung.* Man überführt 5 g Austauscher in einer Röhre von 1 cm ○ durch wiederholte Behandlung mit 1 n Salzsäure und 1 n Natronlauge in die OH^--Form und wäscht dann mit 30—50 ml 90%igem Methanol zur Schaffung eines alkoholischen Mediums. Hierauf läßt man die Lösung von 0,2 g Barbiturat in 20 ml 90%igem Methanol mit der Geschwindigkeit von 1 ml/min durch die Säule fließen und wäscht mit 50 ml Methanol nach. Eluiert wird mit 50 ml 0,2 m Essigsäure in 95%igem Methanol. Im Eluat erfolgt die Bestimmung durch eine geeignete Methode. — Nach den durchgeführten Versuchen gibt das Verfahren sehr befriedigende Resultate für *Barbital*, *Phenobarbital*, *Allypropynal*, *Hexobarbital*, *Thiopentobarbital*. Weniger günstig sind die Ergebnisse bei Allobarbital (etwa 1,1—1,5% werden nicht ausgetauscht) und Narcobarbital. Z. STEJSKAL

---

[1] Ann. pharmac. franç. **14**, 765—769 (1956), Faculté de Pharm. de Paris et du Centre hospitalier Foch, Suresnes (Frankreich).

[2] Ann. pharmac. fran. **14**, 770—777 (1956).

[3] Pharmac. Weekbl. **92**, 397—406 (1957) [Holländisch].

[4] Československ. Farmac. **6**, 148—150 (1957) [Tschechisch]. (Mit dtsch., engl. u. russ. Zus.fass.) Pharmaz. Kontrollinst. Prag (ČSR).

Zur titrimetrischen Bestimmung von äthylcrotylbarbitursaurem Natrium (Kalypnon-Natrium, KN) gibt W. Horsch[1] folgende Verfahren an: *Argentometrisch.* Man löst etwa 0,33 g (genau gewogen) KN kalt in 10 ml Natriumcarbonatlösung DAB 6 und 20 ml Wasser und titriert mit 0,1 n Silbernitratlösung bis zur einige Zeit bestehenbleibenden Trübung. 1 ml 0,1 n Silbernitratlösung entspricht 23,22 mg KN. Die Genauigkeit beträgt 98,8—99,3%. — *Bromometrisch.* Man übergießt in einem Jodzahlkolben 0,35 g (genau gewogen) KN mit 5 ml verdünnter Salzsäure, benetzt das Pulver durch Umschwenken und schüttelt nach Zugabe von 25 ml Chloroform, bis keine festen Bestandteile mehr vorhanden sind. Dann fügt man 50 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung und 5 ml 30%ige Kaliumbromidlösung zu, schwenkt um und läßt 30 min lang im Dunkeln stehen. Nach Zusatz von 10 ml Kaliumjodidlösung DAB 6 titriert man das ausgeschiedene Jod mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung und Stärkelösung als Indicator. 1 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung entspricht 11,61 mg KN. Die Genauigkeit beträgt 99,8—100,9%. — Weiterhin werden die *alkalimetrische* und die *nichtwäßrige* (mit Perchlorsäure in Eisessig) Titration beschrieben, die jedoch zu niedrige bzw. zu hohe Werte liefern, wenn das Präparat einen Alkalimindergehalt aufweist bzw. wenn es Alkalicarbonat enthält.

W. Horsch[2] behandelt im Anschluß an die vorstehende Mitteilung die *maßanalytische Bestimmung von Äthylcrotylbarbitursäure (Kalypnon) (KA) in Gemischen und Arzneizubereitungen. Acidimetrische Titration.* Man extrahiert die etwa 0,2 g entsprechende feingepulverte Tablettenmasse mit einem Gemisch von 16 ml 90 vol-%igem Äthanol und 14 ml Wasser unter Umschwenken bei 60° C. Nach dem Abkühlen und Filtrieren durch ein glattes Filter wäscht man den Rückstand unter Nachspülen des Kolbens 2mal mit je 5 ml Äthanol, setzt 1 ml 0,1%ige äthanolische Thymolphthaleinlösung zu und titriert mit carbonatfreier 0,1 n Lauge bis zum Farbton einer Vergleichslösung. Vom Verbrauch müssen 0,03 ml als Indicatorkorrektur abgezogen werden. *Nichtwäßrige Titration.* Man löst ein KA-haltiges Zäpfchen unter Erwärmen in 15 ml Dimethylformamid (D) und 5 ml Benzol, setzt nach dem Erkalten 10 Tropfen Thymolblaulösung (1%ig in D) zu und titriert mit 0,1 n Natriummethylatlösung bis zum Umschlag nach Dunkelblau. Mit 2 g Zäpfchengrundlagenmasse wird ein Blindversuch durchgeführt und der hierbei ermittelte Verbrauch von der Titrationsmenge abgezogen. *Argentometrische Titration.* Man läßt unter häufigem Umschütteln die 0,25 g KA entsprechende gepulverte Tablettenmasse mit 20 ml einer Mischung von 15 ml Natriumcarbonatlösung (DAB 6) und 20 ml Wasser einige Zeit stehen, filtriert durch ein glattes Filter von 8 cm Durchmesser, wäscht Kolben und Filter 3 mal mit je 5 ml obiger Mischung und titriert die vereinigten Filtrate mit 0,1 n Silbernitratlösung bis zum Auftreten einer bleibenden Trübung. In allen Fällen entspricht 1 ml der Titrationsflüssigkeit 21,02 mg KA. — Unter Anwendung des jeweils geeigneten Titrationsverfahren gelingt die Bestimmung von KA in Pulvermischungen und Tabletten neben folgenden Substanzen: Coffein, Theobromin, Oxyäthyltheophyllin, Phenazon, Aminophenazon, Acetylsalicylsäure, Salicylsäureamid, Salicylsäureisopropylamid, Acetanilid, Phenacetin, Codein, Codeinphosphat, Barbitalen ohne ungesättigte Substituenten, Milchzucker. K. Söllner

Eine einfache Methode zur titrimetrischen Bestimmung von Arbutin in Bärentraubenblättern empfiehlt R. Fried[3]. *Arbeitsweise.* Man schüttelt 100 ml der 2%igen wäßrigen Lösung des Drogenextraktes zur Entfernung des Hydrochinons

[1] Pharmazie **12**, 353—357 (1957). Univ. Leipzig.

[2] Pharmazie **12**, 212—215 (1957).

[3] Mitt. dtsch. pharmaz. Ges. u. pharmaz. Ges. i. d. DDR (Arch. Pharmaz. **290**, H. 5) **27**, 73—74 (1957). Chem-pharm. Fabrik Adolf Klinge GmbH., München.

5mal mit je 150 ml Äther aus und entfernt den im Wasser gelösten Äther durch Erhitzen auf 50° C auf dem Wasserbad. Dann erhitzt man 1 ml der ausgeätherten wäßrigen Lösung in einem 100 ml-Kölbchen mit 4 ml 20%iger Schwefelsäure 1 Std unter Rückfluß, fügt durch den Kühler 50 ml Wasser zu, versetzt dann die Lösung mit 0,1 g Kaliumdichromat und destilliert durch einen absteigenden Kühler etwa $^3/_4$ des Inhaltes in eine Vorlage mit 10 ml 10%iger Kaliumjodidlösung und 10 ml 10%iger Schwefelsäure. Nach Zugabe eines Tropfens Stärkelösung als Indicator titriert man das ausgeschiedene Jod mit 0,01 n Thiosulfatlösung. Unter Berücksichtigung des Blindwertes für eine Mischung von je 10 ml KJ- und H_2SO_4-Lösung berechnet man: % Arbutin = ml 0,01 n Thiosulfatlösung × 13,6/g Einwaage.

K. Söllner

Polarographische Bestimmung von Zimtaldehyd in der Zimtrinde (Cortex cinnamomi). Nach G. Dušinský, M. Tyllová und Z. Gruntová[1] wird der Zimtaldehyd im Medium Essigsäure-Na-acetat-Wasser (p_H 4,1) in 3 Stufen reduziert (E_1 1/2 = — 0,86 V., E_2 1/2 = — 1,10 V. und E_3 1/2 = — 1,26 V., gemessen gegen die gesätt. Kalomelelektrode). In acetatfreier, essigsaurer Lösung gibt der Aldehyd nur eine gut entwickelte Reduktionsstufe, deren Höhe mit steigender Essigsäurekonzentration (5—60%) etwas abnimmt. Im Konzentrationsbereich des Zimtaldehydes von $1 \cdot 10^{-4}$ bis $2 \cdot 10^{-3}$ m ist die Stufenhöhe linear abhängig von der Aldehydkonzentration. Zur Analyse eignet sich 5%ige Essigsäure am besten als Grundelektrolyt. — *Ausführung.* Etwa 0,5 g frisch gepulverte Zimtrinde werden mit 20 ml 25%iger Essigsäure 1 Std ausgeschüttelt. Nach dem Abfiltrieren wiederholt man das Ausschütteln mit nochmals 20 ml 25%iger Essigsäure 1 Std lang. Die vereinigten Filtrate werden mit 25%iger Essigsäure auf 50 ml aufgefüllt. 2 ml dieser Lösung werden mit 2 ml 25%iger Essigsäure und 16 ml Wasser versetzt und nach Beseitigung des Sauerstoffs von — 0,4 V an polarographiert.

Z. Stejskal

Zur Bestimmung von Linalol in ätherischen Ölen hat das *Essential Oil Sub-Committee* im britischen *Analytical Methods Committee*[2] von den bekannten Methoden die von M. L. S. Glichitch[3] und die von A. T. Fiore[4] als am brauchbarsten befunden und in mehreren Laboratorien eingehend geprüft. Es zeigt sich, daß die zeitraubende (wenigstens 4 Tage erfordernde) Methode von Glichitch immer noch am zuverlässigsten ist, sofern man einwandfrei reine Reagentien verwendet. Die Streuung der Ergebnisse bei Untersuchung des gleichen Probematerials in verschiedenen Laboratorien hat ihren Ursprung hauptsächlich in der Verseifungsstufe des Arbeitsganges. In den folgenden Vorschriften sind die durch den Analysenaustausch gewonnenen Erfahrungen berücksichtigt. — *Glichitch-Methode.* Zu 2 Vol. auf mindestens 0° C gekühltem Essigsäureanhydrid fügt man allmählich 1 Vol. ebenso kalte 98—100%ige Ameisensäure, erwärmt langsam (15min) auf 50° C und kühlt darauf sofort in Eis. Zum Gebrauch kühlt man von dem immer frisch zu bereitenden Reagens 15 ml auf 0° C, gibt langsam 10 ml zuvor mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknetes und ebenfalls auf 0° C gekühltes ätherisches Öl hinzu und läßt verschlossen (Glasschliffstopfen) 72—96 Std bei 20—22° C (Temperatureinhaltung sehr wichtig!) stehen. Hiernach schüttelt man mit 50 ml eiskaltem Wasser durch, läßt 2 Std stehen, trennt das Öl ab, wäscht es nacheinander mit 50 ml kaltem Wasser, 50 ml Natriumhydrogencarbonatlösung (5 g/100 ml) und zweimal

[1] Československ. Farmac. **6**, 87—91 (1957) [Slowakisch]. (Mit dtsch., engl. u. russ. Zus.fass.). Staatsanst. f. Arzneimittelkontrolle Bratislava (Preßburg) (ČSR).

[2] Analyst **82**, 325—329 (1957).

[3] Bull. Soc. chim. France **33**, 1284 (1923); vgl. diese Z. **75**, 76 (1928).

[4] News Capsule (Essential Oil Assoc. of USA) **1**, No. 15 (1943).

mit je 50 ml Wasser, trocknet das Öl mit Natriumsulfat und ermittelt seinen Estergehalt nach der Vorschrift des *Essential Oil Sub-Committee*[1]. Aus dem Esterwert A berechnet man den Linalolgehalt nach der Formel 154,2 A/(561—0,28 A). — *Fiore-Methode.* Man kühlt 10 g mit Natriumsulfat getrocknetes Öl in Eiswasser, fügt 20 ml reines Dimethylanilin, 8 ml Acetylchlorid und 5 ml Essigsäureanhydrid hinzu, kühlt einige Minuten, läßt 30 min bei Raumtemperatur stehen und stellt 3 Std in ein Wasserbad von 40° ± 1° C. Danach schüttelt man nacheinander mit den folgenden Waschlösungen jeweils 30 sec durch: 2 mal mit je 75 ml Natriumsulfatlösung (10 g/100 ml), so oft mit je 50 ml Schwefelsäurelösung (2,5 g H_2SO_4 + 10 g Na_2SO_4 in 100 ml), bis alles Dimethylanilin entfernt ist (gewöhnlich 5 mal), 2 mal mit je 25 ml Natriumhydrogencarbonatsulfatlösung (5 g $NaHCO_3$ + 10 g Na_2SO_4 in 100 ml) und zuletzt wieder zweimal mit Natriumsulfatlösung. Weiter verfährt man wie bei der Glichitch-Methode. F. Neumann

Die Analyse von Cumarinverbindungen in Citrusölen nehmen W. L. Stanley und S. H. Vannier[2] mit Hilfe der „Chromatostrip"-Methode von J. M. Miller und J. G. Kirchner[3] vor. Die Cumarine, von denen 7 verschieden substituierte in Citronenölen haben nachgewiesen werden können, werden durch Chromatographie an einem mit Kieselsäure bedeckten Glasstreifen (Chromatostrip) getrennt. Dazu wird der so präparierte Glasstreifen nach Auftragen von 0,05 ml Citronenöl in ein großes Reagensglas eingehängt. Mit Hilfe eines Dochts wird aus einem seitlichen Ansatz das Fließmittel aufgesaugt (25% Äther in Petroläther [Kp 30—60° C]). Bei dieser absteigenden Chromatographie werden 5 von den anwesenden Cumarinen so deutlich voneinander abgetrennt, daß sie für eine quantitative Bestimmung in Frage kommen. Die einzelnen Flecken werden hierzu unter einer UV-Lampe mit einem Spatel vom Glasstreifen abgeschabt. Die Cumarine werden aus dem Pulver mit jeweils 5 ml 95%igem Alkohol 15 min unter gelegentlichem Schütteln extrahiert. Die Bestimmung erfolgt dann spektrophotometrisch zwischen 300 und 330 mμ.
L. Acker

Die polarographische Bestimmung von Menadion (2-Methyl-1,4-naphthochinon) in pharmazeutischen und Vitamin-Präparaten, die bis zu 30 verschiedene Beimengungen wie Öle, Vitamine oder Antibiotica enthalten, führen J. C. Jongkind, E. Buzza und S. H. Fox[4] nach folgender *Vorschrift* aus: Da auch das pharmazeutisch gleichwertige Hydrochinon mit erfaßt werden soll, wird die in ein Zentrifugenglas eingewogene Probe zunächst mit 25 ml Cer(IV)-nitratlösung [in 1 l 1 n Schwefelsäure 26 g $(NH_4)_2Ce(NO_3)_6$] und genau 20 ml Benzol 20 min geschüttelt, so daß sämtliches Hydrochinon oxydiert wird. Man zentrifugiert dann und entnimmt der Benzolschicht eine etwa 0,5 mg Menadion äquivalente Menge. Diese Probe, mit Benzol auf genau 10 ml gebracht, wird, ähnlich wie bei W. R. Lewis und F. W. Quackenbush[5] angegeben, mit 10 ml 0,2 m Lithiumchloridlösung in wasserfreiem Methanol (0,005% Methylenblau enthaltend) und 0,1 ml Ammoniak versetzt, 8 min mit vorgesättigtem Stickstoff durchperlt und von 0—1,0 V gegen die Bodenanode polarographiert. Ein Vergleich der Stufenhöhe bei —0,4 V mit einer Kontrollaufnahme nach Zusatz bekannter Mengen Menadion wird empfohlen. Die Stufenhöhe ist bei Gehalten von 0,01—0,1 mg je ml der Konzentration linear proportional.
K. Cruse

---

[1] Analyst **62**, 541 (1937); **76**, 387 (1951); vgl. diese Z. **125**, 300 (1943).

[2] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 582—588 (1957). Fruit a. Vegetable Chem. Lab., Pasadena, Calif. (USA).

[3] Analyt. Chemistry **26**, 2002 (1954); vgl. auch diese Z. **142**, 121 (1954).

[4] J. Amer. pharmac. Assoc. sci. Edit., **46**, 214—216 (1957). R. P. Scherer Corp., Detroit, Mich. (USA).

[5] J. Amer. Oil Chemists' Soc., **26**, 53 (1949); vgl. diese Z. **145**, 307 (1955).

Für den papierchromatographischen Nachweis von Methylarbutin (I) neben Arbutin (II) entwickeln G. Wagner und M. Böhm[1] das Analysenmaterial auf Schl. & Sch.-Papier 2043 a nach einer früher beschriebenen Technik[2] mit der organischen Phase eines Gemisches von Xylol/n-Butanol/Eisessig/Wasser (4:6:2:8) aufsteigend bei 12—14° C, bis die Lösungsmittelfront etwa 25 cm hoch gestiegen ist. Die Sichtbarmachung beider Komponenten erfolgt durch Besprühen mit Millons Reagens (siehe unten), welches I und II als gelbe bis braungelbe Flecken erscheinen läßt. II färbt sich außerdem noch mit diazotierter Sulfanilsäurelösung (siehe unten) gelb, welche Farbe beim nach 15 min erfolgendem Besprühen mit 0,5 n äthanolischer Kalilauge in Rot übergeht und bildet beim Besprühen mit ammoniakalischer Silbernitratlösung (siehe unten) nach 15 min einen schwarzen Flecken. I reagiert mit den beiden letztgenannten Reagentien nicht. Die R_f-Werte der Substanzen betragen bei Verwendung des genannten Fließmittels für I 0,56, für II 0,22. — *Millon-Reagens.* Man löst 10,0 g Quecksilber in 10 g kalter rauchender Salpetersäure, verdünnt mit 20 ml destilliertem Wasser und gießt von den sich allmählich ausscheidenden Kristallen ab. Nach dem Besprühen erhitzt man das Chromatogramm vorsichtig auf 90° C. *Diazotierte Sulfanilsäurelösung.* Man löst 1,0 g Sulfanilsäure unter Erwärmen in 900 ml Wasser, fügt nach dem Abkühlen 10 ml 37%ige Salzsäure zu und ergänzt mit Wasser auf 1000 ml. Unmittelbar vor dem Gebrauch löst man in je 100 ml dieser Lösung 1,0 g Natriumnitrit. *Ammoniakalische Silbernitratlösung.* Man mischt gleiche Teile 0,1 n Silbernitratlösung und 10%iges Ammoniak.

K. Söllner

Die chromatographische Trennung der Vitamine A und D in pharmazeutischen Präparaten nehmen H. Tschapke und H. Plessing[3] mit Hilfe von Bolus alba vor. Falls Vitamin A in Form des Esters vorliegt, wird eine bestimmte Menge des Präparates 25 min auf dem siedenden Wasserbad mit 25—50 ml 2 n alkoholischer Kalilauge unter Einleiten von Stickstoff verseift. Die Seifenlösung wird in einem Scheidetrichter mit dreimal je 40 ml peroxydfreiem Äther ausgeschüttelt. Die gesammelten Ätherextrakte werden mit 40 ml 5%iger wäßriger Kalilauge ausgeschüttelt, dann dreimal mit je 50 ml Wasser gewaschen und durch eine Schicht von wasserfreiem Natriumsulfat zur Trocknung unter Nachwaschen mit 40 ml Äther filtriert. Nach Abdampfen des Äthers unter Stickstoff wird der Rückstand mit 50 ml Chloroform aufgenommen. Hierauf gibt man soviel Bolus alba hinzu, bis dieser keine Blaufärbung mehr annimmt. Dann schüttelt man in dem mit Schliffstopfen verschlossenen Rundkolben gut durch. Man saugt durch eine Glasfritte 3 G 3, die mit einer dünnen Schicht Bolus alba belegt ist, und spült mit Chloroform nach. Das Filtrat, in dem sich das gesamte Vitamin D befindet, wird unter Stickstoff eingeengt und dann auf ein bestimmtes Volumen aufgefüllt. Das Vitamin D wird nach der Methode von H. Tschapke und H. Plessing[4] mit $SnCl_2$ bestimmt. Nach den an Modellgemischen durchgeführten Bestimmungen wird Vitamin D_2 und D_3 praktisch vollständig wiedergefunden. Eine genaue Bestimmung des Vitamin D-Gehaltes in Lebertran ist allerdings nach diesem Verfahren noch nicht möglich. Der zur Trennung verwendete Bolus alba wird folgendermaßen vorbehandelt: 100 g werden mit 500 ml 2 n Salzsäure 15 min unter Rühren gekocht. Dann saugt man auf einer Glasfritte 26 G 3 ab und wäscht mit heißem Wasser bis zur neutralen Reaktion nach. Nach Trocknung bei 90° C wird zerrieben und gesiebt. L. Acker

[1] Pharmazie **12**, 363—366 (1957). Pharm.-chem. Inst., Univ. Greifswald.

[2] Wagner, G.: Pharmazie **9**, 631 (1954); vgl. diese Z. **147**, 448 (1955).

[3] Pharmazie **12**, 262—264 (1957). Anstalt f. Vitaminforsch. u. -prüfg., Potsdam-Rehbrücke.

[4] Naturwissenschaften **42**, 417 (1955); vgl. diese Z. **152**, 229 (1956).

Zur Identifizierung der Lokalanaesthetica (LA) lösen M. Brandstätter-Kuhnert und H. Grimm[1] die nach bekannten Verfahren aus dem Untersuchungsmaterial isolierten Basen oder deren Salze auf einem Objektträger in einem Tropfen Wasser oder 5%iger Weinsäurelösung und prüfen mit je einem Tropfen folgender Reagenslösungen: 1%ige Lösung von reinem *Anthrachinon-β-sulfonsaurem Natrium;* gesättigte wäßrige *Diliursäurelösung;* 1,5%ige Lösung von *Flaviansäure* in 20%igem Alkohol; gesättigte *Pikrinsäurelösung* in 20%igem Alkohol; gesättigte Lösung von *Styphninsäure* in 20%igem Alkohol. Die LA bilden mit manchen dieser Reagentien, oftmals erst nach längerem Reiben mit dem Glasstab oder nach leichtem Erwärmen, kristalline Niederschläge, die mit einem Deckglas bedeckt, gewaschen und getrocknet werden und dann charakteristische Mikroschmelzpunkte ergeben, die in einer Tabelle für 28 der bekanntesten LA zusammengestellt sind. Des weiteren enthält die Arbeit kurzgefaßte Monographien der LA sowie umfangreiche Tabellen, die für 49 LA bzw. für deren Salze alle für die Identifizierung nach Kofler nötigen Daten enthalten. K. Söllner

Die Verwendung von Oxycellulose zur Trennung der Wirkstoffe und der Bacteriostatica in wäßrigen Injektionslösungen empfehlen D. A. Elvidge, K. A. Proctor und C. B. Baines[2]. — *Arbeitsweise.* Man suspendiert 1 g Oxycellulose in 50 ml 1 n Schwefelsäure, überführt die Anschüttelung in ein mit Glaswolle unten verstopftes Chromatographierrohr (15 cm lang, 2 cm ∅), bringt nach dem Absetzen des Adsorptionsmittels auch auf die Spitze der Kolonne einen Bausch Glaswolle und wäscht die Säule mit destilliertem Wasser mit einer Geschwindigkeit von 3 ml/min bis zum Verschwinden der sauren Reaktion. Die letzten ml Waschflüssigkeit untersucht man im Spektrophotometer, hierbei dürfen sie zwischen den Wellenlängen 220 und 280 mμ keine Absorption zeigen. Dann bringt man das Analysenmaterial auf die Säule und eluiert anschließend mit 25 ml 1 n Schwefelsäure. Hierbei wird die Wirksubstanz aus der Oxycellulose herausgelöst und ihre Menge durch die spektrophotometrische Ermittlung ihrer Extinktion bestimmt. Bei der anschließenden Eluierung mit Wasser unter Druck werden die den Injektionslösungen zugesetzten Bacteriostatica, wie Phenol oder Chlorkresol, in Lösung gebracht und auf die gleiche Weise ermittelt. Das Original enthält Tabellen mit den UV-Absorptionsmaxima der wichtigsten für Injektionen verwendeten Therapeutica sowie der gebräuchlichen Bacteriostatica. K. Söllner

4. Analyse von biologischem Material

Literatur. W. Schramm, *Chemische und biologische Laboratorien. Planung, Bau und Einrichtung.* 250 Seiten mit 904 Abbildungen. Verlag Chemie, Weinheim/Bergstr. 1957. Preis Ganzl. 50,— DM.

Ein Ausspruch von Pasteur ist dem Werk vorangestellt, der besagt, daß man seine Aufmerksamkeit den „geweihten Stätten, die man mit dem vielsagenden Wort Laboratorium bezeichnet", zuwenden möge. Der Verf. hat es sich zur Aufgabe gemacht, das komplexe Gebiet des Laborbaues mit seinen baulichen und installationstechnischen Problemen darzustellen. An einer großen Zahl von Beispielen deutscher und einiger ausländischer Laboratorien von Hochschulen, Untersuchungs- und Forschungsanstalten, Betrieben sowie Forschungslaboratorien werden die zur Verfügung stehenden Möglichkeiten für Planung, Bau und Einrichtung mitgeteilt. Dabei findet die bildmäßige Darstellung in Form von Zeichnungen und Photographien besondere Berücksichtigung. Im Hinblick z. B. auf Fragen der Leitungsinstallierung oder des Energiebedarfs einzelner Räume ist es vorteilhaft, mit der

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 427—447. Univ. Innsbruck (Österreich).

[2] Analyst **82**, 367—372 (1957).

Projektierung der Laboreinrichtung nicht erst zu beginnen, wenn das Gebäude im Rohbau steht. Die hierzu gegebenen Unterlagen für Einrichtungen und Geräte beanspruchen daher besonderes Interesse. Ziemlich vollständig dargestellt sind die in der Praxis üblichen Laboratoriumsräume für spezielle Aufgaben. Als Beispiele mögen die folgenden Angaben dienen: Ätherdestillierraum, Glüh-Veraschungsraum, Autoklavenraum, Stink-H_2S-Raum, Mühlen-Schüttel-Rührraum, Brutraum, Nährbodenküche, Spülraum usw. Auch das Isotopenlaboratorium wird gebührend berücksichtigt. Übersichtlich in Tabellenform wird auch über den wichtigen Korrosions- und Säureschutz berichtet. Mit einem Kapitel über Arbeitsschutz, Gesetze, Verordnungen, Richtlinien und einem Anhang über Bezugsquellennachweise schließt das Buch ab. — Man darf dem Werk, das den beabsichtigten Überblick sehr gut vermittelt, eine weite Verbreitung wünschen. — Für Herbst 1957 ist vorgesehen, dem Buch noch einen Nachtrag beizufügen, in dem eine Reihe weiterer Beispiele ganz neuer Laboratorien im Bilde vorgeführt werden soll. R. Ritter

Für die colorimetrische Kaliumbestimmung im Serum gibt R. F. L. Maruna[1] im Anschluß an eine frühere Mitteilung[2] eine ausführliche Arbeitsvorschrift. Das Kalium wird aus dem enteiweißten Serum als Hexanitrokobaltat gefällt. Nach der Zerstörung des Komplexes mit Schwefelsäure wird das dem Kalium äquivalente Kobalt (3:1) colorimetrisch als Rhodanid ermittelt. Bei einer Schichtdicke von 1 cm beträgt der Extinktionskoeffizient bei 580 mμ 0,205 und bei 600 mμ 0,140 für 10 mg-% K. Unter 5 mg-% K ist die Methode nicht anwendbar. Das Lambert-Beersche Gesetz gilt für 5—25 mg-% K (580 mμ) oder 5—100 mg-% K (600 mμ). — *Ausführung.* 1 ml nichthämolytisches Serum extrahiert man mit 2 ml Alkohol, zentrifugiert, gibt zu 1,5 ml der Lösung 1 ml 50%ige Essigsäure und 1 ml Kobaltnitritlösung (siehe unten), schüttelt, zentrifugiert nach 5 min und wäscht den Niederschlag zweimal mit 12,5%iger Essigsäure. Dann löst man den Niederschlag mit 0,5 ml konz. Schwefelsäure unter gelindem Erwärmen, verdünnt auf 3,5 ml, gibt nach dem Erkalten 3,5 ml Rhodanidlösung (10 g KSCN in 100 ml Aceton) hinzu und mißt die Extinktion bei 600 oder 580 mμ. — *Kobaltnitritreagens.* Zu einer Lösung vom 25 g Kobaltnitrat in 25 ml H_2O + 12,5 ml Eisessig gibt man 210 ml einer Lösung von 120 g $NaNO_2$ in 180 ml H_2O. Die entstehenden nitrosen Gase werden durch einen Luftstrom herausgespült. In dunkler Flasche ist die Lösung kühl aufbewahrt mehrere Wochen haltbar; sie ist vor dem Gebrauch zu filtrieren. G. Denk

Die colorimetrische Mikrobestimmung des Magnesiums in Pflanzen, Bodenauszügen und in Organismen mit Thiazolgelb hat J. Carles[3] überarbeitet und dabei verschiedene Schutzkolloide (Stärke, Gummi arabicum, Agar-Agar) und auch oberflächenaktive Stoffe, wie Teepol, untersucht. Gelatine ergibt die besten Werte. Der störende Einfluß von Ammoniumsalzen (Extraktion von Mg aus Böden mit Ammoniumacetat) muß durch Abrauchen mit Natronlauge beseitigt werden. Der Calciumeinfluß wird durch Zugabe der Calciumsulfatlösung kompensiert. Die Thiazolgelblösung muß immer unter gleichen Bedingungen hergestellt werden. Man bereitet am besten als Stammlösung eine 0,5%ige Lösung von Thiazolgelb in Äthanol-Wasser (1:1) und verdünnt diese im Dunkeln gut haltbare Lösung kurz vor dem Gebrauch mit Wasser auf das 10fache Volumen. Die Temperatur hat großen Einfluß auf die Reproduzierbarkeit der Messungen und sollte bei der Kurvenaufstellung und den Messungen der Proben angenähert gleich sein. 1—6 ml einer

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **2**, 131—133 (1957). Eijkman-Inst., Djakarta (Indonesien).

[2] Maruna, R. F. L.: Clin. chim. Acta (Amsterdam) **2**, 21 (1957); vgl. diese Z. **159**, 159 (1957).

[3] Bull. Soc. chim. biol. (Paris) **39**, 445—452 (1957). Inst. Catholique, Toulouse.

schwach sauren magnesiumhaltigen Lösung (max. 3 μg Mg/ml) in einem Colorimeterröhrchen von 16 mm ⌀ ergänzt man mit Wasser jeweils auf 6 ml und fügt nacheinander unter Umschwenken 1,0 ml Gelatinelösung (0,1 g reine Gelatine auf 100 ml heißes H_2O), 1,0 ml gesättigte Calciumsulfatlösung, 1,0 ml 0,05%ige Thiazolgelblösung und 1,0 ml 5 n Natronlauge zu, schüttelt gut durch und bestimmt nach 10 min Wartezeit bei etwa 540 nm die Durchlässigkeit in einem lichtelektrischen Colorimeter. Die Einmeßkurve stellt man mit Magnesiumtestlösung unter den gleichen Bedingungen auf. Sie erfüllt von 0—3 μg Mg/ml das Lambert-Beersche Gesetz. Darüber hinaus werden sehr starke Abweichungen erhalten. H. Pohl

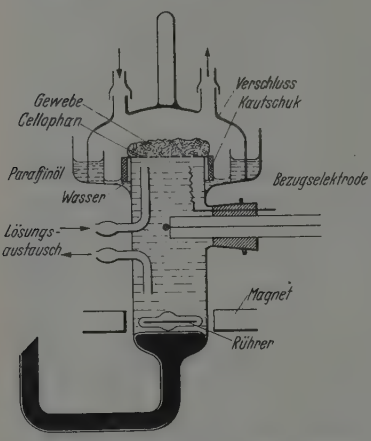

Abb. 1. Gefäß nach Šerák zur Untersuchung der Atmung von Gewebeschnitten

Über die polarographische Sauerstoffbestimmung liegte in ausführliches Übersichtsreferat von M. Březina[1] vor, in dem das Polarogramm und sehr eingehend die *Sauerstoffbestimmung in Blut* beschrieben wird. Auf die Polarographieranordnungen von K. Weisinger[2] (Plasmauntersuchung), von W. Dirscherl und H. U. Bergmeyer[3] (Gewebsschnitte) und die in Abb. 1 wiedergegebene Anordnung von Šerák für die Untersuchung der Atmung von Gewebsschnitten ist besonders hingewiesen. Anwendungen der Methode zur Sauerstoffbestimmung in *Obstsäften, Wein, Essig, Bier, Mineralwässern, Abwässern, Böden und in Gasen* sind angeführt. In einer anschließenden Diskussion werden die Tropf- und die Platin-Elektrode als Kathode eingehend verglichen. K. Cruse

Den chemischen Nachweis von E 605 in biologischem Material halten F. Scheibl und R. Stöhr[4] nur dann für vollständig, wenn die Reaktionen auf alle 3 Komponenten (p-Nitrophenol, Schwefel und Phosphorsäure) positiv ausfallen. — *Arbeitsvorschrift.* Das Material wird nach Ansäuern mit Weinsäure einer Wasserdampfdestillation unterworfen, wobei 500—1000 ml in vorgelegte verdünnte Natronlauge destilliert werden. Das alkalische Destillat bringt man zur Trockne und prüft an einem Teil des Trockenrückstandes durch abwechselnde Zugabe von Säure (farblos) und Alkali (gelb) auf p-Nitrophenol. Ein anderer Teil wird mit Natrium im Glührörchen aufgeschlossen und mit Nitroprussidnatrium auf Schwefel geprüft. Zum Nachweis der Phosphorsäure schließt man mit Königswasser auf und prüft mit der Molybdatmethode oder bei sehr kleinen Mengen mit dem Verfahren von E. Müller[5]. W. Fischer

[1] Acta chim. Acad. Sci. hung. **9**, 407—420 (1956). Akad. Wiss., Prag (ČSR).

[2] Die polarographische Messung der Sauerstoffspannung des Blutes, Schwabe u. Co., Basel, 1950.

[3] Biochem. Z. **321**, 68 (1950).

[4] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 306—309. Univ. Innsbruck. (Österreich).

[5] Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **237**, 35 (1935); vgl. diese Z. **118**, 75 (1939/40).

Namen- und Sachverzeichnis des 160. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abbott, D. C., und Johnson, E. I. Bestimmung von Quecksilber in Äpfeln 61
Abd El-Wahab, M. F., siehe Barakat, M. Z.
Abdel-Wahhab, S. M., siehe Flaschenträger, B.
Abresch, K., und Zimmermann, H. Einfaches Spektralgerät zur Untersuchung in metallurgischen Laboratorien 152
Abribat, M. Trennung verschiedener Substanzen durch Überführen in Schäume 372
Abson, D., und Lipscomb, A. G. Bestimmung von Blei und Kupfer in organischem Material z. B. in Lebensmitteln 381
Acker, L., und Diemair, W. Bestimmung des Eigehaltes von Eierteigwaren 387
Acland, J. D. Bestimmung von eiweißgebundenem Jod im Serum 215
Ahrens, L. H., siehe Shaw, D. M.
Ajtai, I. und Csányi, Gy. Polarographische Bestimmung von aromatischen Nitroverbindungen 312
Aldrich, J. C., siehe Samsel, E. P.
Aldridge, W. N. Colorimetrische Bestimmung von Rhodaniden und Cyaniden 287
D'Alessio-de-Carnevale-Bonino, R. C. Nachweis von Reserpin 208
Alikberov, S. S., siehe Alimarin, I. P.
Alimarin, I. P., und Alikberov, S. S. Zirkoniumbestimmung in Gegenwart von Seltenen Erden 290
Alimarin, I. P. und Archangelskaja, W. N Qualitative Halbmikroanalyse 358 [L]
Alliot, R. Methode zum Nachweis von Weichweizenmehl in Grieß und Teigwaren 62
Allport, N. L., und Keyser, J. W. Colorimetric Analysis. Volume One. Determinations of Clinical and Biochemical Significance 211 [L]
Almásy, A., siehe Ferenczy, Z.
Amano, T., siehe Mizukami, S.
Amick, R. M., siehe Parsons, J. S.
Analytical Methods Committee Bestimmung von Linalol in ätherischen Ölen 459. — Methode zum Reinigen von Chloroform 62
Anand, V. D., siehe Malhotra, O. P.
Anderegg, G., Flaschka, H., Sallmann, R., und Schwarzenbach, G. Phthaleinkomplexon als Indicator 375
Anderson, J. R. A., Martin, E. C., und Lock, L. C. Elektrophoretische Bestimmung von Speisefarben 59
D'Ans, J., Blasius, E., Guzatis, H., und Wachtel, U. Darstellung von Kobaltkomplexverbindungen 181
von Antropoff, A. Experimentelle Einführung in die Chemie 122 [L]
Archangelskaja, W. N., siehe Alimarin, I. P.
Archer, E. E. Volumetrische Bestimmung von Sulfat 46
Arends, W., siehe Seher, A.
Aripov, A. A., und Ivancov, L. M. Verdampfungsmethode zur spektralanalytischen Reinheitsprüfung von Nickel und Kupfer 159
Arquette, G. J., siehe McCune, H. W.
Arredondo, E., siehe Routh, J. I.
Ashbury, G. K., Davies, A. J., und Drinkwater, J. W. Vielseitiges und anpassungsfähiges Gerät zur Gaschromatographie 125
van Atta, R. E., siehe Willard, H. H.
Aull, J. C., und McCord, W. M. Turbidimetrische Bestimmung von Proteinen 223
Austin, C. M., siehe Roberson, Ch. E.
Austin jr., H. C., Bonner, F. L. und Epps jr., E. A. Bestimmung von DDT und Lindan in Baumwoll-Bestäubungsmitteln 77
Auterhoff, H. Anthrachinonbestimmung in Drogen 320
Ayres, P. J., Garrod, O., Simpson, S. A., und Tait, J. F. Bestimmung von Aldosteron, Cortisol und Corticosteron in biologischen Extrakten 230

Ayres, P. J., Simpson, S. A., und Tait, J. F. Fluoreszenzmethode zur Bestimmung von Δ^4-3-Ketosteroiden auf Papierchromatogrammen 231

Baán, E., siehe Baumann, M.
Bacík, Z., siehe Knobloch, E.
von Baeckmann, A., siehe Ziegler, M.
Baghurst, H. C., und Norman, V. J. Photometrische Bestimmung von Arsen und Phosphor in Kupferlegierungen 153
Bahrdt, W., und Scheer, R. Stöchiometrische Aufgabensammlung 121 [L]
Bailey, L. E., siehe Rubin, S.
Baines, C. B., siehe Elvidge, D. A.
Bajusz, E., siehe Jámbor, B.
Bakay, B., Kirschner, L., und Toennies, G. Bestimmung von Nucleinsäuren 237
Baker, B. B., und Morrison, J. D. Bestimmung geringer Mengen Fluorid 299
Balák, F., siehe Jindra, A.
Balej, J., und Roušar, I. Potentiometrische Bestimmung von Cyanoferrat(III) 301
Ballard, C. W., Isaacs, J., und Scott, P. G. W. Bestimmung von Alkaloiden in biologischem Material 238
Banister, A. J., siehe Pollard, F. H.
Banks, Ch. V., und Bisque, R. E. Spektralphotometrische Spurenbestimmung von Zink in Cadmium, Magnesium, Seltenerdmetallen, Beryllium, Eisen, Yttrium und Alkalimetallen 67
Banks, Ch. V., Burke, K. E., O'Laughlin, J. W., und Thompson, J. A. Spektrophotometrische Bestimmung von Uran und Niob nebeneinander 298
Barakat, M. Z., Abd El-Wahab, M. F., und El-Sadr, M. M. Bestimmung von Jodid mit Wismut-2-mercaptothiazolin 47
Bard, A. J., siehe Lingane, J. J.
Barnabas, J., siehe Barnabas, T.
Barnabas, T., und Barnabas, J. Rundpapierchromatographische Trennung gesättigter Fettsäuren 311
Barnard jr., A. J., Broad, W. C., und Flaschka, H. Komplexometrische Titrationen 143
Barr, T., und Yarwood, J. I. Apparat zur Wasserbestimmung nach Tryon 379
Baškevič, Ju. V., siehe Geršuns, A. L.
Bastings, L., siehe Claassen, A.
Baudet, J. Trennung von Pyridinbasen 56
Bauer, V. E., siehe Gehauf, B.
Baumann, M., Jámbor, B., und Baán, E. Polarographische Untersuchung der Muskelproteine 224
Bean, L. Absperrventil für Austauschersäulen 132
Beerthuis, R. K., und Keppler, J. G. Gaschromatographische Trennung gesättigter Fettsäuren mit C-Zahlen von 12—26 124
Bekemeier, H. Papierchromatographie einfacher Phenole, aromatischer Oxycarbonsäuren und aromatischer Oxycarbonsäureamide 312
Belcher, R., und Macdonald, A. M. G. Bestimmung von Fluor in organischen Substanzen 205
Belcher, R., und Tatlow, J. C. Bestimmung von Fluor in organischen Substanzen 205
Beling, A., Thon, D., und Loos, K., siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 148 [L]
Belinskaja, N. I., siehe Skobec, E. M
Belitz, H.-D., siehe Schormüller, J.
Bender, R. C., Nohle, E. G., und Paul, M. F. Chromatographische Bestimmung von Nitrofurantoin im Urin 239
Benedetti-Pichler, A. A. Essentials of Quantitative Analysis. An Introduction to the Basic Unit-Operations 359 [L]
Benedetti-Pichler, A. A., und Schneider, H. E. Qualitative Analyse anorganischer Substanzen 371
Benesch, R., und Benesch, R. E. Bestimmung von Thiolgruppen 54
—, siehe auch Benesch, R. E.
Benesch, R. E., und Benesch, R. Elektrolytische Reduktion von Mercaptiden 53. — Siehe auch Benesch, R.
Berenhard, A. S., und Gluškova, M. T. Analyse der bei der Chlorierung von Oxyden und anderen Verbindungen entweichenden Gase 127
Bergerman, J., und Elliot, J. S. Photometrische Bestimmung von Oxalsäure 217
Bergmeyer, H. U., siehe Dirscherl, W.
Berka, A., und Zýka, J. N-Bromsuccinimid als oxydimetrisches Reagens 376

Bermejo-Martínez, F., und Prieto-Bouza, A. Colorimetrische Bestimmung von Vanadium 294
Beukenkamp, J., Rieman III, W. und Lindenbaum, S. Trennung von kondensierten Phosphaten 44
Beveridge, J. S., und Reynolds, G. F. Fluoridbestimmung 136
Bhargava, H. D., siehe Pendse, G. P.
Bhattacharayya, N. P., siehe Rây, H. N.
Bighi, C., und Trabanelli, G. Trennung von Co-, Cr-, und Ni-Amminkomplexen 296
Binder, J. L., und Ransaw, H. C. Infrarotspektroskopie von Polyisoprenen 73
Bischofsberger, W., siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 148 [L]
Biserte, G. Quantitative Elution von Substanzen aus Papierchromatogrammen 364
Bisque, R. E., siehe Banks, Ch. V.
Bitman, J., Rosselet, J.-P., de M Reddy, A., und Lieberman, S. Spektrophotometrische Analyse von binären Gemischen von Harnsteroiden 231
Bitskei, J. Oxydimetrische Titrationen in alkalischen Lösungen 373. — Bestimmung von Wasserstoffperoxyd neben Oxalsäure 280
Bjarke, G. O., siehe Colichman, E. L.
Blake, M. I. Bestimmung von Benzoesäure und Salicylsäure 313
Blasius, E., und Lange, G. Ionenaustauschermembranen in der präparativen und analytischen Chemie 169 [Or]. — Siehe auch D'Ans, J.
Bljachman, A. A., siehe Fainberg, S. Ju.
Bockman jr., C. D., siehe Mitchell, J. A.
Böhm, M., siehe Wagner, G.
Bognár, J., und Murguly, K. Adsorptionsindikation von Metanilgelb 375
Bonner, F. L., siehe Austin jr., H. C.
Boord, C. E., siehe Kyryacos, G.
Boot-Meurs, B., siehe Dammers-de Klerk, A.
Boriss, P., siehe Weiner, R.
Borsten, H., siehe van Lamoen, F. L. J.
Bové, J. Fraktionsschneider nach dem Heberprinzip 131
Bowden, C. H., Maclagan, N. F., und Wilkinson, J. H. Papierchromatographische Bestimmung jodhaltiger Verbindungen 129
Bozsai, G. Amperometrie in der Arzneimittelanalyse 318
Bozsai, I. Amperometrische Titrationen in der Metallanalyse 367
Brabson, J. A., und Wilhide, W. D. Bestimmung der Phosphorsäure in Düngemitteln 443
Bradstreet, R. B. Säurebedarf beim Kjeldahlaufschluß 203
Bräuninger, H., und Hornerjäger, L. Säure-Base-Titration in nichtwäßrigen Lösungen und ihre Anwendung auf Pharmaceutica 454. — Papierchromatographische Trennungs- und Bestimmungsverfahren von Pflanzenalkaloiden 207
Brandenstein, M., siehe Rockenbauer, W.
Brandstätter-Kuhnert, M., und Grimm, H. Identifizierung der Lokalanaesthetica 462
van Brederode, H., und Reeskamp, C. J. Bestimmung des Schalenanteiles in Kakaoerzeugnissen durch Zählung der Sklereide 392
Březina, M. Polarographische Sauerstoffbestimmung in Blut 464
Broad, W. C., siehe Barnard jr., A. J.
Brockelt, G. Farbreaktion zum Nachweis von Barbituraten und Hydantoinen 160
Brody, B. B., Udenfriend, S., und Coburn, A. F. Bestimmung von Salicylat im Blut 225
Bro-Rasmussen, F., und Hjarde, W. Bestimmung von α-Tocopherol durch Chromatographie an Magnesiumphosphat 388. — Bestimmung von Gesamtvitamin E neben α-Tocopherol 389
Bruns, F. H., siehe Horn, H.-D.
Bruss, D. B., Wyld, G. E. A., und Peters, E. D. Bestimmung kleiner Mengen Kohlenoxysulfid in Raffineriegasen 434
Bryce, W. A., siehe Ryce, S. A.
Budanova, L. M., und Volodarskaja, R. S. Komplexometrische Bestimmung von Magnesium in Aluminiumlegierungen 393
Buděšínský, B. Naphtholviolett als komplexometrischer Indicator 375

Buděšínský, B., und Vaníčková, E. Bestimmung von Aneurin und Mercaptoaneurin 388. — Bestimmung von cis-β-Methoxy-α-äthoxymethylacrylonitril 456
Büchi, J., und Schumacher, H. Papierchromatographische Reinheitsprüfung des Cocains und seiner Salze 207
Büchner, M., und Gabsch, H.-Ch. Moderne Methoden in der Klinik unter besonderer Berücksichtigung physikalisch-chemischer Analysenverfahren 209 [L]
Bürger, K. Mikronachweis von Silber 283. — Direkte Bestimmung von Sauerstoff in organischen Verbindungen nach Unterzaucher 304
Burdick, R. L., siehe Hankock, C. K.
Burke, K. E., siehe Banks, Ch. V.
Burriel-Martí, F., Hernando-Fernández, V., und Rodríguez-Señas, J. Colorimetrische Phosphorbestimmung in Stählen und Legierungen 399
Burriel-Martí, F., und Ramírez-Muñoz, J. Klassischer Analysengang der Kationen 371. — Siehe auch Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 121 [L]
Burt, R., und Minkoff, G. J. Infrarotspektroskopische Messung von Reaktionspartnern bei hohen Temperaturen 146
Buxbaum, J. K. Schnellalterungsverfahren zur Prüfung von Schaumpolsterstoffen auf Polyurethanesterbasis 75
Buzza, E., siehe Jongkind, J. C.
Bystroff, A. S., siehe Fritz, J. S.

Calvary, E., siehe Wolfson, W. Q.
Campbell, D. J., siehe Gordon, J. A.
Carles, J. Mikrobestimmung von Magnesium in Pflanzen, Bodenauszügen und Organismen mit Thiazolgelb 463
Carter, H. E., siehe McCormick, M. H.
de Carvalho, A. H., siehe Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 122 [L]
Casto, C. C., siehe Schenker, H. H.
Cavanaugh, E. F., siehe Eggenberger, D. N.
Čelechovský, J., Krejčí, E., und Krejčí, V. Photometrische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 280
Čelikovský, J., siehe Vydra, F.
Černý, P. Bestimmung von Eisen(II) mit Violursäure 300
Chalmers, R. A., und Walley, C. A. Titrierspektralphotometer 375
Chao, T. S., siehe Lieber, E.
Charlamov, I. P., und Jakovlev, P. Ja. Bestimmung von Molybdänlegierungen 157
Charlot, G., siehe Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 121 [L]
Cheraskova, E. P., Ochapkina, N. A., und Provorov, V. N. Bestimmung von freiem Schwefel in Gummi nach der Sulfitmethode 450
Chervet, P., siehe Vignes, R.
Chinard, F. P. Bestimmung von Prolin 220
Chopard-dit-Jean, L. H., siehe Simon, W.
Christ, W., siehe Schober, R.
Christie, A. A., Kerr, J. R. W., Knowles, G. und Lowden, G. F. Colorimetrische Bestimmung verschiedener Metalle in Abwässern und Industrieabfällen 149
Christman, D. R. Messung von Tritium in Glasproportionalzählern 280
Claassen, A., und Bastings, L. The Extraction of Ferric Chloride with Methyl Isobutyl Ketone and Amyl Acetate 403 [Or]
Clark, R. E. D. Verwendung von o-Dithiolen in der qualitativen Analyse 144. — Ersatz von Toluol-3,4-dithiol in der qualitativen Analyse 145
Clarke, W. E. Überblick über die wichtigsten Fortschritte der Analyse von Gußeisen und -materialien 398
Clemency, C., siehe Codell, M.
Coburn, A. F., siehe Brody, B. B.
Cocking, E. C., siehe Yemm, E. W.
Codell, M., Clemency, C., und Norwitz, G. Colorimetrische Bestimmung von Silicium in Titanlegierungen 156
Codell, M., und Norwitz, G. Colorimetrische und gravimetrische Siliciumbestimmung in Titan und seinen Legierungen 156
Coe, R. R., siehe Gwirtsman, J.
Cohen, S. Verschiedene Verfahren zur Unterscheidung von Lindan und Benzolhexachlorid 77
Cohn, C., und Wolfson, W. Q. Bestimmung von Serumproteinen durch Elektrophorese 223. — Siehe auch Wolfson, W. Q.
Colarusso, R., siehe Schmall, M.
Colichman, E. L., Fish, R. F., und Bjarke, G. O. IR-Analyse von Terphenylisomeren 316

Colson, A. F. Mikrobestimmung von aktivem Wasserstoff in organischen Verbindungen 203
Consden, R., Gordon, A. H. und Martin, A. J. P. Bestimmung von Mercaptiden 53/54
Cooke, W. D. und Furmann, N. H. Coulometrische Titrationen 136, 366
Coulson, R. E. Polarographische Bestimmung von Arsen in sulfidischen Zinkerzen und in Zinkmetall 436
de Courcy, C. Trichloressigsäure-Reagens zur Lokalisierung von Pregnantriolen auf Papierchromatogrammen 229
Crane jr., F. E. Bestimmung des Tetraphenyloborat-Anions in seinen Salzen mit organischen Aminen 310
Critchfield, F. E., und Johnson, J. B. Bestimmung von aliphatischen Amingemischen 311. — Colorimetrische Bestimmung von Äthylenoxyd in Gewürzen 66
Cruse, K., siehe Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 121 [L]
Csányi, Gy., siehe Ajtai, I.
Cyb, P. P., siehe Lysenko, V. I.

Dahmen, E. A. M. F., siehe van der Heijde, H. B.
Dam, J. W., siehe Deinum, H. W.
Dammers-de Klerk, A., und Boot-Meurs, B. Bestimmung von gelöstem Sauerstoff in Flüssigkeiten 434
Danckwortt, P. W., und Eisenbrand, J. Luminescenz-Analyse im filtrierten ultravioletten Licht. Ein Hilfsbuch beim Arbeiten mit den Analysen-Lampen 360 [L]
el Darawy, Z. I., und Tompsett, S. L. Bestimmung von Alkaloiden in biologischem Material 238
Das, M. N. Bestimmung kleiner Mengen Wasser in Essigsäure 444
David, M. L. Bestimmung von Phthalsäureanhydrid in Glycerinphthalsäure-Ölfarben 450
Davídek, J., und Šanda, V. Bestimmung von Dehydroascorbinsäure im Hagebuttenkonzentrat 388
Davies, A. J., siehe Ashbury, G. K.
Deacutis, A. A., siehe Frank, A. J.
Dearing, G. G. Mikrobestimmung von Cellulose in Bakterien 226
Debal, E., Lévy, R., und Moureu, H. Mikrobestimmung von Fluor 298
Debiesse, J., siehe Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 121 [L]
Decker, P. Nachweis lockerer Additionsverbindungen durch zweidimensionale Papierchromatographie 130
Deffner, G., siehe Grassmann, W.
Dehmel, P., siehe Gottschalk, G.
Deinum, H. W., und Dam, J. W. Bestimmung von gelöstem Sauerstoff in Flüssigkeiten 434
Delahay, P. Instrumental Analysis 360 [L]
Delande, N., siehe Kofler, A.
Delaveau, P. Bestimmung von Senfölen in Pflanzen 457. — Chromatographische Untersuchung von Samenextrakten verschiedener Senfpflanzen 457
Démétriadès, S. D. Papierchromatographische Bestimmung freier Aminosäuren in dem eisenarmen Hibiscus esculentus L.-Pflanzen 220
Dey, A. K., siehe Mukherji, A. K.
Diebel, H., und Hanle, W. Spektralanalyse von Metallegierungen 151
Diehl, H., und Ellingboe, J. L. Fluoresceinkomplexon (Calcein) als Indicator 285, 375. — Siehe auch Jaselskis, B.
Diemair, W., Franzen, K., und Sieglitz, A. Bestimmung der Sorbinsäure in biologischen Lösungen 65. — Siehe auch Acker, L.
Dignam, M., siehe Shaw, A. C.
van Dijk, G. J., siehe Keuning, K. J.
Dirscherl, A. Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 304
Dirscherl, W., und Bergmeyer, H. U. Polarographische Untersuchung von Gewebsschnitten 464
Doadrio, A., siehe Montequi, R.
Doerr, R. C., siehe Stephens, E. R.
Dohlman, C.-H. Bestimmung kleiner Mengen Schwefel-35 in Gewebeproben 214
Doležal, J. Bestimmung kleiner Mengen Thallium, Kupfer, Blei und Cadmium in Indiummetall 394. — Siehe auch Kopanica, M.
Donia, R. A., Ott, A. C., und Drake, N. Bestimmung von Stigmasterol in Soja-Steroiden 227.
Drake, N., siehe Donia, R. A.
Drapkina, D. A., siehe Kuznecov, V. I.
Drefahl, G., und Geissler, A. Untersuchungen über Stilbene XIV. Mitteilung. Analytische Verwendbarkeit des 4-Stilbenyl-nitrosohydroxylamins „Styrylkupferron" 34 [Or]

Drexler, S., siehe Engelbrecht, R. M.
Drinkwater, J. W., siehe Ashbury, G. K.
Dryer, R. L., Tammes, A. R., und Routh, J. I. Bestimmung von Phosphorsäure und Phosphatase mit N-Phenyl-p-phenylendiamin als Reduktionsmittel für die Phosphormolybdänsäure 213. — Siehe auch Routh, J. I.
Dudenbostel jr., B. F., und Priestley jr., W. Gasanalyseapparaturen im Betrieb 126
Dunbar, R. E., und Knuteson, J. Nachweis von Aminen 310
Duncombe, W. G., und Peaple, B. W. E. Gerät zum Auftragen großer Flüssigkeitsvolumina auf chromatographische Papiere 129
Duquénois, P., siehe Mathis, C.
Dušinský, G., Tyllová, M., und Gruntová, Z. Polarographische Bestimmung von Zimtaldehyd in der Zimtrinde 459
Duykaerts, G., siehe Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 121 [L]

Eckhart, E., siehe Zemplén, G.
Edström, J.-E. Trennung und Bestimmung von Purinen und Pyrimidinnucleotiden 236
Eeckhaut, J., siehe Leliaert, G.
Eggenberger, D. N., und Cavanaugh, E. F. Fraktionssammler zum Messen genauer Eluvatvolumina bei der Säulenchromatographie 131
Eisenbrand, J., siehe Danckwortt, P. W.
Elek, A., und Hill, D. W. Halbmikrobestimmung von Jod 205
Ellerbrook, L. D., siehe Eriksen, N.
Ellingboe, J. L., siehe Diehl, H.
Elliot, J. S., siehe Bergerman, J.
El-Sadr, M. M., siehe Barakat, M. Z.
Elvidge, D. A., Proctor, K. A., und Baines, C. B. Verwendung von Oxycellulose zur Trennung von Wirkstoffen der Bacteriostatica 462
Elving, P. J., und Leone, J. T. Polarographie von Phenylketonen 315
Emr, A., siehe Körbl, J.
Endo, Y., Tanihara, H., und Hattori, K. Komplexometrische Bestimmung von Calcium- und Magnesiumoxyd in Eisenerzen 440
Engelbrecht, R. M., und Drexler, S. Bestimmung der Feuchtigkeit fester Substanzen 379
Enoki, T., und Morisaka, K. Acidimetrische Titrationen mit Hilfe der Dead stop-Methode 368
Ensgraber, A. Aufsteigende Papierchromatographie in Glasbehältern 128
Epps jr., E. A., siehe Austin, jr., H. C.
Epstein, J., siehe Gehauf, B.
Erdey, L., und Karsai, (Karsay), A. Polarographische Bestimmung von Calcium 284. — Bestimmung von Eisen(III)-ionen mit Ascorbinsäure 48. — Siehe auch Paulik, F.
Eriksen, N., Ellerbrook, L. D., und Lippincott, S. W. Serumproteinbestimmung 223

Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker. Vom Wasser, ein Jahrbuch für Wasserchemie und Wasserreinigungstechnik 147 [L]
Fainberg, S. Ju., Bljachman, A. A., und Stankova, S. M. Analyse von Kupfer- und Bleischmelzschlacken 441
Farády, L., und Jánosi, A. Photometrische Bestimmung von Nickel mit Rubeanwasserstoff 301
Feigl, F. Nachweis organischer Phosphorverbindungen 307 .— Spot Tests in Organic Analysis 202 [L]
Feigl, F., Gentil, V., und Stark-Mayer, C. Beiträge zur organischen Tüpfelanalyse 315
Feigl, F., Krumholz, P., und Hamburg, H. Colorimetrische Bestimmung des Phytinphosphors 453
Feldheim, W. Bestimmung von Harnindican 238
Ferenczy, Z., Almásy, A., und Szádecky-Kardoss, G. Polarographische Bestimmung von Magnesium 284
Fett, E. R., siehe Malmstadt, H. V.
Ficken, G. E., und Lane, E. S. Bestimmung der basischen Gruppen in Austauscherharzen 133
Fijolka, P., Lenz, I., und Runge, F. Bestimmung von Carboxylendgruppen von Polyestern 74
Finkelštein, A. I., siehe Fišer, A. M.
Fiore, A. T. Bestimmung von Linalol in ätherischen Ölen 459
Fiorentini, A. R., siehe Ghe, A. M.
Fischer, J. siehe Kögler, H.
Fišer, A. M., und Finkelštein, A. I. Flammenphotometrische Bestimmung des Kaliums in Natriumsalzen 442
Fish, R. F., siehe Colichman, E. L.

Flaschenträger, B., Abdel-Wahhab, S. M., und Habib Labib, G. Kontinuierliche, fraktionierte Mikrosublimation 371
Flaschka, H., und Hochenegger, M. Coulometrische Bestimmung der Doppelbindungen 306. — Siehe auch Anderegg, G., sowie Barnard jr., A. J.
Flesch, P., und Jerchel, D. Papierchromatographische Bestimmung v. Äpfelsäure 383
Fletcher, E. T. D., siehe Markham, R. L.
Fletcher, M. H., Grimaldi, F. S., und Jenkins, L. B. Spektrophotometrische Bestimmung von Thorium in Zinkoniumhaltigen Erzen 439. — Siehe auch Grimaldi, F. S.
Florian, G., siehe Hanssen, E.
Forbes, R. J., siehe Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 122 [L]
Forist, A. A., siehe Speck jr., J. C.
Fournier, R.-M., und Person, M. Colorimetrische Mikrobestimmung von Chlorpikrin in Wasser 150
Fowden, L. Photometrische Bestimmung von Aminosäuren 220
Fox, S. H., siehe Jongkind, J. C.
Frank, A. J., Goulston, A. B., und Deacutis, A. A. Spektrophotometrische Bestimmung von Kupfer in Titan 68
Frank, W., siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 147 [L]
Franzen, K., siehe Diemair, W.
Freegarde, M. Quantitative Bestimmung von Metallen durch Differential-Polarimetrie 372
Fresenius, W., und Jander, G. Handbuch der analytischen Chemie. Dritter Teil: Quantitative Bestimmungs- und Trennungsmethoden. Band Vα. Elemente der fünften Hauptgruppe (Stickstoff) 358 [L]
Fried, R. Titrimetrische Bestimmung von Arbutin in Bärentraubenblättern 458
Friedel, R. A., siehe Sharkey jr., A. G.
Fritz, J. S., Lane, W. J., und Bystroff, A. S. Komplexometrische Titrationen mit Azoxin-Indicatoren 143
Fujimoto, M. Nachweis geringer Mengen von Eisen durch Ionenaustausch 48. — Nachweis kleiner Mengen Kobalt 49. — Nachweis äußerst geringer Mengen Nickel 50
Fukamauchi, H., Sekiguchi, M., und Iiyoshi, K. Nachweis und colorimetrische Bestimmung von Kieselsäure 287, 288
Fukker, K., siehe Rusznák, I.
Fukuda, M. Verbrennung von Verbindungen wie Thiazolen und Pyrimidinen 203
Fuller, K. W., und Northcote, D. H. Mikrotrennung von Polysacchariden durch Zonenelektrophorese 55
Furman, N. H., siehe Cooke, W. D.

Gabsch, H.-Ch., siehe Büchner, M.
Gagliardi, E., und Reimers, H. Komplexometrische Bestimmung von Natrium, Kalium und von deren Summe durch Ionenaustausch 1 [Or]
Gamsjäger, H., Ornig, H., und Schwarz-Bergkampf, E. Flammenphotometrische Lithiumbestimmung 280
Garcia-Hernandez, M., siehe Kun, E.
Garrod, O., siehe Ayres, P. J.
Garton, G. A., und Lough, A. K. Analyse von Gemischen höherer gesättigter normaler Fettsäuren 54
Gassner, G. Mikroskopische Untersuchung pflanzlicher Nahrungs- und Genußmittel 380 [L]
Gassner, K. Papierchromatographische Bestimmung kondensierter Phosphate 293
Gautier, J.-A. Mises au point de Chimie Analytique pure et appliquée et d'Analyse Bromatologique 380 [L]. — Siehe auch Renault, J.
Gautier, J.-A., Renault, J., und Pellerin, F. Alkalimetrische Bestimmung von pharmazeutisch wichtigen organischen Basen 455
Gawienowski, A. M. Besprühen jodhaltiger Verbindungen mit Brucinlösung 129
Gehauf, B., Epstein, J., Wilson, G. B. Witten, B., Sass, S., Bauer, V. E., und Rueggeberg, W. H. C. Photometrische Bestimmung organischer Phosphorverbindungen 76
Gehauf, B., und Goldenson, J. Photometrische Bestimmung von Sarin 76
Geilmann, W. Die Verwendung der Verdampfungsanalyse zur Erfassung geringster Stoffmengen. I. Das Arbeitsverfahren 410 [Or]
Geissler, A., siehe Drefahl, G.

Geldmacher-Mallinckrodt, M., und Weinland, H. α-Naphtholreagens zur Bestimmung von Polysacchariden 56
Gentil, V., siehe Feigl, F.
Gentili, B., siehe Stanley, W. L.
Gerngross, O., Voss, K., und Herfeld, T. Farbreaktion von Tyrosin 220
Geršuns, A. L., und Baškevič, Ju. V. Photocolorimetrische Bestimmung kleiner Kupfergehalte in Legierungen 393
Ghe, A. M., und Fiorentini, A. R. Qualitative und quantitative Analyse von Titanlegierungen 396. — Siehe auch Venturello, G.
Gilcreas, F. W., siehe Morgan, G. B.
Gilfrich, J. V. Aluminiumbestimmung in Aluminium-Eisenlegierungen 435
Ginsburg, L. B., und Škrobot, Z. P. Bestimmung kleiner Mengen Zinn in Erzen 437
Glemser, O., siehe Ziegler, M.
Glew, D. N., siehe Goltz, G. E.
Glichitch, M. L. S. Bestimmung von Linalol in ätherischen Ölen 459
Glick, D. Methods of Biochemical Analysis 210 [L]
Gluškova, M. T., siehe Berenhard, A. S.
Goffart, G., Michel, G., und Pitance, T. Bestimmung von Mangan 300
Golay, M. J. E. Mathematische Beziehungen zwischen einer gaschromatographischen Säule und den elektrischen Verhältnissen bei der telegraphischen Übermittlung 123
Goldenson, J. Nachweis von Nervengasen durch Chemilumineszenz 76. — Siehe auch Gehauf, B.
Golomb, L. M. Quantitative Bestimmung der Küperfarbstoffe auf der Faser 79
Goltz, G. E., und Glew, D. N. Bestimmung von Aceton in verdünnter benzolischer und wäßriger Lösung 54
Gordon, A. H. siehe Consden, R.
Gordon, J. A., und Campbell, D. J. Fluorimetrische Bestimmung kleiner Mengen von 11-Desmethoxyreserpin 208
Gorjušina, V. G., und Romanova, E. V. Komplexometrische Titration von Zirkonium 291
Gottschalk, G., und Dehmel, P. Statistik in der chemischen Analyse. II. Die Bewertung praktischer Analysen 161 [Or]
Goulston, A. B., siehe Frank, A. J.
Gowda, H. S., Rao, K. Bhaskara und Rao, G. Gopala. Vanadametry. Determination of Hydroxylamine Use of Copper Sulphate as Catalyst 117 [Or]
Graham, R. P., und Larrabee, G. B. Polarographische Bestimmung von Thorium 292
Gran, G., siehe Wetlesen, C. U.
Grassmann, W., und Deffner, G. Adsorptive Trennung von Kohlenwasserstoffen 452
Grassmann, W., und Hannig, K. Elektrophoretische Technik 365
Gray, C. H., siehe Holness, N. J.
Greene, S. A., und Pust, H. Trennung eines Gemisches verschiedener Gase an Silicagelsäulen 124
Grégoire, J., und Grégoire, J. Fällung von Purinbasen 58
Grim, E. C., siehe Kuck, J. A.
Grimaldi, F. S., Jenkins, L. B., und Fletcher, M. H. Bestimmung von Thorium in Silicatgesteinen und in Erzen 438. — Siehe auch Fletcher, M. H.
Grimm, H., siehe Brandstätter-Kuhnert, M.
Grosse, A. V., siehe Kirshenbaum, A. D.
Grostic, M. F., siehe Johnson, J. L.
Grover, K. C., und Mehrotra, R. C. Alkaline Bromine as Volumetric Reagent, Analytical Applictions Part I Estimation of Ammonia, Urea and Thiourea 267 [Or]. — Alkaline Bromine as Volumetric Reagent, Analytical Applications Part II. Estimation of Isopropyl Alcohol and Acetone Singly as well as in Mixture 274 [Or]
Grummitt, W. E., siehe Milton, G. M.
Gruntová, Z., siehe Dušinský, G.
Gualandi, C. Trennung des Chrom von Eisen(III) 296
Gundlach, A. M., siehe Pérez, N.
Gustin, G. M. Bestimmung von Stickstoff nach Dumas 303
Guthrie, J. D., siehe Hoffpauir, C. L.
Guymon, J. F., und Nakagiri, J. A. Bestimmung von freien und gebundenen Aldehyden mit Hydrogensulfit in Branntweinen 60
Guzatis, H., siehe D'Ans, J.
Gwirtsman, J., Mavrodineanu, R., und Coe, R. R. Bestimmung von Fluoriden in Pflanzengeweben, Luft und Wasser 446

Györbíró, K., Poós, L., und Proszt, J. Polarographische Bestimmung von Magnesium 283

Haag, Th., siehe Kaiser, H.
Habib Labib, G., siehe Flaschenträger, B.
Hadorn, H., und Jungkunz, R. Bestimmung des Eigehalts in Eierteigwaren 387
Hadorn, H., und Suter, H. Bestimmung der Halbmikrobuttersäurezahl 64. — Siehe auch Suter, H.
Häberli, E. Die Bestimmung von metallischen Verunreinigungen in ultrareinem Antimon mit Hilfe der Dithizonmethode 14 [Or]
Haftka, F. J., siehe Stengel, E.
Hahn, F. L. Schnellverfahren für das Untersuchungslaboratorium. I. Saccharinnachweis. II. Kalkbestimmung 259 [Or]
Hahn, H. H., siehe Silk, M. H.
Hahn, R. B., und Johnson, J. L. Spetralphotometrische Bestimmung von Zirkonium in Stählen 399
Hakkila, E. A., siehe MacNevin, W. M.
Hamburg, H., siehe Feigl, F.
Hamdy, M., siehe Issa, I. M.
Hankock, C. K., und Burdick, R. L. Schnelle Bestimmung von Wasser in Böden 445
Hanle, W., siehe Diebel, H.
Hannig, K., siehe Grassmann, W.
Hanssen, E., Ihlenfeldt, R., und Florian, G. Mikroskopischer Nachweis von Gewürzen und anderen pflanzlichen Elementen in Lebensmitteln 392
Hanst, P. L., siehe Stephens, E. R.
Harris, D. F., siehe Simpson, J. S.
Hartmann, L., siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 148 [L]
Haslam, J., und Squirrell, D. C. M. Automatische Titrimetrie 377
Hattori, K., siehe Endo, Y.
Hauf, G., siehe Spengler, G.
Hausdorff, H. H. Quantitative Methoden der Gaschromatographie 123
Hausman, E. R., McAnally, J. S., und Lewis, G. T. Bestimmung von Oxalsäure im Harn 217
de Hauss, J.-L., und Kirry, R. J. Nachweis schwach radioaktiver Strahlungsquellen, deren Strahlungsstärken etwa dem Kaliumchlorid vergleichbar sind 370
Hayes, J. R., siehe Martin, J. R. — sowie Wolszon, J. D.
Haywood, L. J. A., und Sutcliffe, P. Bestimmung von Kupfer mit Biscyclohexanon-oxalyl-dihydrazon 282
Hegemann, F., Kostyra, H., und Pfab, B. Bariumchlorid als Puffersubstanz bei der flammenphotometrischen Bestimmung von Natrium und Kalium 281
Hegemann, F., und Pfab, B. Bariumchlorid als Puffersubstanz bei der Bestimmung von Natrium und Kalium 281
van der Heijde, H. B. Potentiometrische Titrationen 135
van der Heijde, H. B., und Dahmen, E. A. M. F. Optimale Bedingungen für die potentiometrische Titrationen von Säuren und Basen 134
Heilbronner, E., siehe Simon, W.
Helle, K., siehe Sixma, F. L. J.
Hendriks, H., siehe Sixma, F. L. J.
Henry, R. J., siehe Sobel, Ch.
Herfeld, T., siehe Gerngross, O.
Hernando-Fernández, V., siehe Burriel-Martí, F.
Hessler, W., und Meinhardt, G. Harnstoffeinschlußverbindungen zur Untersuchung von Paraffinen 452
Hewitt, C. A. Automatisches Absperrventil für Austauschersäulen 132
Heyrovský, J. Neue Arbeitsrichtungen in der Polarographie 136. — Eigentümlichkeiten und Vorteile der oscillographisch-polarographischen Methode 138. — Fortschritte auf dem Gebiet der oscillographischen Polarographie 138. — Anwendung des Kathodenstrahloscillographen in der Polarographie mit Wechselstrom 138
Hickson, J. L., siehe Whistler, R. L.
Higuchi, T., siehe Ravin, L. J.
Hilditch, T. P. Chromatographische Trennung von Milchfett 55
Hill, D. W., siehe Elek, A.
Hill, R. Potentiometrische Bestimmung von Phytinphosphor 453
Hill, W. H., siehe Wolszon, J. D.
Hill-Cottingham, D. G. Spektralphotometrische Untersuchung über Eisenchelate mit NN'-Dihydroxyäthyl-äthylendiamindiessigsäure 301
Hintzsche, E. Durchführung der Chlorbestimmung im Industrielaboratorium 305
Hjarde, W., siehe Bro-Rasmussen, F.

Hochenegger, M., siehe Flaschka, H.
Höhne, R., siehe Schormüller, J.
Hoffpauir, C. L., und Guthrie, J. D. Triäthylaminoäthylcellulose in der Ionenaustauschchromatographie 132
Hohorst, H. J. Enzymatische Bestimmung von L(+)-Milchsäure 216
Hollenstein, U., siehe Sixma, F. L. J.
Holluta, J., und Meissner, H. siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 147 [L]
Holness, H., und Stone, W. R. Analyse anionischer oberflächenaktiver Substanzen 450
Holness, N. J., Lunnon, J. B., und Gray, C. H. Identifizierung von Adrenocorticoidsteroiden 232
Holubek, J., und Volke, J. Polarographische Bestimmung der Einzelalkaloide von Cotarnin-Narcotin- bzw. Hydrastinin-Hydrastin-Gemischen 207
Honerjäger, L., siehe Bräuniger, H.
Hopton, J. W., siehe Wix, P.
Horioka, M. Colorimetrische Bestimmung organischer Basen 455. — Bestimmung sympaticuswirksamer Amine in pharmazeutischen Zubereitungen 456
Horn, H.-D., und Bruns, F. H. Quantitative Bestimmung von L(+)-Milchsäure in Milchsäuredehydrogenase 215
Horsch, W. Analytik der Äthyl-crotylbarbitursäure 160. — Titrimetrische Bestimmung von äthyl-crotylbarbitursaurem Natruim 458. — Maßanalytische Bestimmung von Äthyl-crotylbarbitursäure in Gemischen und Arzneizubereitungen 458
Howard, G. A., und Martin, A. J. P. Apparatur für säulenchromatographische Trennungen 55
Hudson, J. R., und Pollock, J. R. A. Bestimmung von Rhodaniden und Cyaniden durch Reaktion mit Pyridin und Benzidin 287
Huggett, A. S. G., und Nixon, D. A. Enzymatische Blutzuckerbestimmung 226
Hultschig, M., siehe Kögler, H.
Husmann, W. siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 147 [L]

Icha, F., siehe Volková, V.
Ichiba, F., siehe Wolfson, W. Q.
Ihlenfeldt, R., siehe Hanssen, E.
Iiyoshi, K., siehe Fukamauchi, H.
XV. Internationaler Kongreß für reine und angewandte Chemie, Lissabon 8.—16. IX. 1956 121 [L]
Internationaler Milchwirtschaftsverband. Fettbestimmung in flüssiger normaler Milch nach der gravimetrischen Methode von Röse-Gottlieb 386
Ionesco-Matiu, A. Überblick über „Volumo-Colorimetrie" und ihre Anwendung in der chemischen Analyse 378
Iritani, N., und Tanaka, T. Bestimmung von Quecksilber in organischen Quecksilberverbindungen 40
Isaacs, J., siehe Ballard, C. W.
Isaacs, M. D. J., Morries, P., und Stuckey, R. E. Abtrennung von Quecksilber als Quecksilberdithizonat 40
Isbell, H. S., siehe Moyer, J. D.
Ishibara, Y., siehe Kurama, H.
Ishibashi, M., und Tabushi, M. Bestimmung von Phosphor in Seewasser 150
Ishikawa, T., siehe Kurama, H.
Issa, I. M., Khalifa, H., und Hamdy, M. Manganometrische Titration von Quecksilber(I)-salzlösungen 40
Ito, J., siehe Kurama, H.
Ivancov, L. M., siehe Apirov, A. A.

Jacobs, J. H., siehe Markham, R. L.
Jacobsen, E., siehe Kolthoff, I. M.
Jakovlev, P. Ja., siehe Charlamov, I. P.
Jakubke, D. Über die Verwendung des 5-Oxy-4-azaphenanthrens zur quantitativen Kupferbestimmung 6 [Or]
Jámbor, B., und Bajusz, E. Polarographische Untersuchung von Ditetrazolium-Salzen 141
Jámbor, B., und Mester, L. Polarographisches Verhalten von Zuckertetrazoliumderivaten und Zuckerformazanen 142. — Siehe auch Baumann, M.
James, A. T., siehe Martin, A. J. P.
Janata, V., siehe Knobloch, E.
Jančík, F., siehe Knobloch, E.
Jander, G., siehe Fresenius, W.
Jánosi, A., siehe Farády, L.
Jaselskis, B., und Diehl, H. Potentiometrische Titrationskurve von Hexacyanokobalt(III)-säure mit Hexamminkobalt(III)-hydroxyd bzw. Triäthylendiaminkobalt(III)-hydroxyd 49/50

Jayarama Reddy, P., Sarma, D. V. N., und Rao, Bh. S. V. Raghava. Separation of Lanthanum from other Cerite Earths excluding Cerium 426 [Or]
Jenkins, L. B., siehe Fletcher, M. H., sowie Grimaldi, F. S.
Jensen, A. O., siehe Johnson, J. L.
Jerchel, D., siehe Flesch, P.
Jindra, A., und Balák, F. Analyse von Barbituraten 457
Jirsa, M., und Kalous, V. Polarographische Eiweißbestimmung 222
Joensuu, O. I., siehe Shaw, D. M.
Johnson, D. P. Bestimmung des Gehaltes von Insecticiden an chlorierten Kohlenwasserstoffen mit unterschiedlichem Chlorgehalt 78
Johnson, E. I., und Polhill, R. D. A. Bestimmung von Bleispuren in Nahrungsmitteln 381. — Siehe auch Abbott, D. C.
Johnson, J. B., siehe Critchfield, F, E.
Johnson, J. L., Grostic, M. F., und Jensen, A. O. Bestimmung von Stigmasterol in Sojabohnen-Steroidgemischen 228. — Siehe auch Hahn, R. B.
Johnstone, R. M., und Quastel, J. H. Manometrische Bestimmung der Peptidaseaktivität 240
Jolles, A., siehe Obermayer, F.
Jones, L. R., und Riddick, J. A. Unterscheidung von Lindan und Benzolhexachlorid 77
Jongkind, J. C., Buzza, E., und Fox, S. H. Polarographische Bestimmung von Menadion in pharmazeutischen und Vitamin-Präparaten 460
Joppien, P. H. Nachweis und Bestimmung von Thujon in ätherischen Ölen, Drogen, Drogenauszügen und verschiedenen Weinen und weinhaltigen Getränken 60
Jucker, H. Direkte Titration organischer Verbindungen mit Chrom(II)-sulfat 305
Jung, J., siehe Scharrer, K.
Jungkunz, R., siehe Hadorn, H.
Jurd, L. Nachweis aromatischer Oxysäuren neben ihren Estern und Phenolen in pflanzlichen Extrakten 452

Kaess, A. siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 147 [L]
Khalifa, H., siehe Issa, I. M.
Kainz, G., Polansky, O., Schinzel, E., und Wessely, F. Scheinbare Anomalien bei der Bestimmung des aktiven Wasserstoffs von Chinolacetaten 302
Kaiser, H., und Haag, Th. Chemisch-toxikologischer Nachweis von E 605 und anderen ähnlichen Insecticiden 78
Kalous, V. Erfahrungen mit der polarographischen Eiweißreaktion 222. — Siehe auch Jirsa, M.
Kalousek, M. Umschaltvorrichtung in der Polarographie 136, 138
Kalvoda, R. Ausführung quantitativer oscillographischer Analysen in der Polarographie 138
Kalvoda, R., und Macků, J. Oscillographisch-polarographische Technik 138
Kamada, H., und Satō, K. Photometrische Bestimmung von Stickstoff in Stahl 159
Kamada, H., Toda, S., und Nishiya, T. Mikrobestimmung von Kohlenstoff in den nichtmetallischen Anteilen von Eisen und Stahl 159
Kapeller-Adler, R. Mikrovolumetrische Histaminasebestimmung 235
Kaplan, B. J. Übersicht über die Polarographie mit pulsierender Polarisationsspannung 137
Karanovič, G. G., siehe Kuznecov, V. I.
Kardos, E., siehe Szekeres, L.
Karl-Kroupa, E. Papierchromatographische Trennung kondensierter Phosphate 293
Karrer, P. Sulfoäthylcellulose in der Ionenaustauschchromatographie 132
Karsai, (Karsay) A., siehe Erdey, L.
Kaufman, J. J., Todd, J. E., und Koski, W. S. Trennung von Diboran, Tetraboran, Pentaboran und Dihydropentaboran sowie Diboran und Äthan 363
Kaufmann, H. P. Bestimmung der Jodzahl 384
Keller, C. W., siehe Schmall, M.
Keller, H., siehe Riffart, H.
Kelley, M. T., siehe Stelzner, R. W.
Kemp, A., siehe Mendel, B.
Kemula, W. Chromatopotentiometrische Anordnung 136
Keppler, J. G., siehe Beerthuis, R. K.
Kerr, J. R. W., siehe Christie, A. A.
Kertes, S., und Lederer, M. Bildung von Chrom(III)-sulfatkomplexen 295
Keuning, K. J., van Dijk, G. J., und Wiggers de Vries, M. J. Bestim-

mung und Einstellen der Aktivität von Adsorbentien bei der Chromatographie 362
Kevei, E., siehe Spanyár, M.
Keyser, J. W., siehe Allport, N. L.
Kiermayer, O., siehe Linser, H.
Kiger, Extraktionsapparat 379
Kimura, S. Untersuchungen über Probenahme zur Bestimmung von Gasen in Eisen und Stahl 398
Kingsley, G. R., und Robnett, O. Calciumbestimmung in biologischen Flüssigkeiten 211
Kingsley, W. K., Wolf, G. E., und Wolfram, W. E. Bestimmung kleinster Mengen Kalium in Natriumsalzen 71
Kirchner, J. G., Miller, J. M., und Rice, R. G. Bestimmung von Diphenyl in Citrusfrüchten 391. — Siehe auch Miller, J. M.
Kirry, R. J., siehe de Hauss, J.-L.
Kirsch, H. Differentialthermoanalyse bei der Kohlenuntersuchung 448
Kirschner, L., siehe Bakay, B.
Kirshenbaum, A. D. Isotopenverfahren zur Bestimmung von Sauerstoff in Chrom 397
Kirshenbaum, A. D., und Grosse, A. V. Isotopenmethode zur Bestimmung von Sauerstoff in Titan 157
Kirsten, W. J. Mikrobestimmung von Halogenen 204
Kiszel, M., siehe Spanyár, M.
Klein, A. K. Mikrobestimmung von Quecksilber in Äpfeln 61
Knobloch, E. Anwendung der Polarographie in der pharmazeutischen Industrie 80
Knobloch, E., Jančík, F., Janata, V., Kraus, E., Němcová, D., und Bacík, Z. Bestimmungsmethoden für Phytol und Phytadien 454
Knödel, W., und Weisz, H. Semiquantitative colorimetrische Analyse mit dem Ringofen 378
Knowles, G., siehe Christie, A. A.
Knuteson, J., siehe Dunbar, R. E.
Knutson, K. E. Empfindlichkeit der flammenphotometrischen Magnesiumbestimmung in Pflanzenmaterial 446
Koch, O. G., siehe Meyer, S.
Kodama, M., siehe Tanaka, N.
Kögler, H. Thermochromatographie in der Gasphase 364
Kögler, H., Hultschig, M., Fischer, J., und Weidenbach, G. Automatische Gasanalyse in der Betriebskontrolle 126
Körbl, J., und Přibil, R. Neue Metallindicatoren für komplexometrische Titrationen 374. — Maskierung und Bestimmung von Quecksilber mit Thiosemicarbazid und komplexometrische Bestimmung von Wismut, Blei, Cadmium und Zink neben Quecksilber 285
Körbl, J., Přibil, R., und Emr, A. Xylenolorange als Indicator 375
Kofler, A., Delande, N., und Lacourt, A. Thermomikromethoden zum Nachweis von Glutaminsäure 221
Kojima, M., siehe Matsuura, N., sowie Yoshino, Y.
Kolobichin, V. A. Halbautomatische Apparatur zur Gasanalyse 125
Kolthoff, I. M. Adsorptionsindikation von Metanilgelb 375. — Siehe auch Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 121 [L]. — sowie Mitchell jr. J. und Watters, J. I.
Kolthoff, I. M., und Jacobsen, E. Voltametrie und amperometrische Titration von zwei-, drei- und siebenwertigem Mangan 299
Kominami, B., siehe Kurama, H.
Kondo, A. Halbmikrobestimmung von Jod in organischen Verbindungen, die auch andere Halogene enthalten 205
Kononjenko, L. I., siehe Poluektov, N. S.
Kopanica, M., und Doležal, J. Polarographisches Verhalten von Zink, Kobalt, Nickel und anderen Metallionen in Glycinlösungen 136
Korotajeva, G. F., siehe Sokolov, A. V.
Koryta, J. Übersicht über die Polarographie von Komplexverbindungen und über die analytischen Anwendungen 141
Koski, W. S., siehe Kaufman, J. J.
Koskikallio, J. Bestimmung von Wasser in Alkoholen 444
Kostyra, H., siehe Hegemann, F.
Kotrlý, S. Komplexometrische Mikrobestimmung von Blei 289
Kováts, E., siehe Simon, W.
Koyama, K., und Michelson, C. E. Wirksame Entfernung von Sauerstoff aus polarographischen Lösungen 367
Kozlowski, M. A., siehe McAleer, W. J.
Králik, I., siehe Rusznák, I.
Kramer, H. Abtrennung von Zinn durch Fällung mit Zink 41

Kramer, S. Je., und Tužilina, N. V. Elektrolytische Bestimmung von Kupfer neben viel Eisen 39
Kraus, E., siehe Knobloch, E.
Krause, R., siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 147 [L]
Krebs, K. G., und Wetzel, W. Prüfung von Gummistopfen für Infusions- und Ampullenflaschen auf Beständigkeit gegen wäßrige Lösungen 317
Krejči, E., siehe Čelechovský, J.
Krejčí, V., siehe Čelechovský, J.
Krempl, H., und Scheibe, G. Entwicklungsmöglichkeiten der lichtelektrischen Emissionsspektralanalyse von Metallegierungen 152. — Siehe auch Stengel, E.
Kress, K. E. Halbmikrobestimmung von Bleigehalten in Gummi 72
Krumholz, P., siehe Feigl, F.
Kubitz, K. A. Bestimmung kleiner Mengen Isocyanat in Polymerisaten auf Urethanbasis 74
Kuck, J. A., und Grim, E. C. Systematische Untersuchung der Fehler bei der Mikrobestimmung von Schwefel durch Verbrennung 305
Kum-Tatt, L. Schnellbestimmung von Sulfonamiden 319
Kun, E., und Garcia-Hernandez, M. Papierchromatographische Identifizierung und Bestimmung von Ketosäuren 218
Kupka, F., und Slabaugh, W. H. Gerät für konduktometrische Titrationen mit Hochfrequenz 134
Kurama, H., Ishihara, Y., Kominami, B., Ishikawa, T., und Ito, J. Bestimmung kleiner Mengen Uran in Erzen oder Phosphatgesteinen 440
Kuznecov, V. I., Karanovič, G. G. und Drapkina, D. A. Stilbazo zur Bestimmung von Aluminiumoxyd 441
Kyryacos, G., und Boord, C. E. Gaschromatographische Trennung und Bestimmung von Wasserstoff, Sauerstoff, Stickstoff, Methan und Kohlenoxyd 124

Lackey, J. B., siehe Morgan, G. B.
Lacourt, A. Quantitative Bestimmung anorganischer Ionen nach vorangegangener papierchromatographischer Trennung 129. — Siehe auch Kofler, A.
Laird, B. C., siehe Malm, C. J.
Lamm, Gy. Brdička-Reaktion zur polarographischen Untersuchung von Eiweiß in Serum und Leber bei Leberschädigungen 223
van Lamoen, F. L. J., und Borsten, H. Karl Fischer-Titration zur Wasserbestimmung 377
Lane, E. S. Ausführung von Hochfrequenztitrationen bei höheren Konzentrationen 368. — Siehe auch Fikken, G. E.
Lane, W. J., siehe Fritz, J. S.
Lang, R. E., siehe Ma, T. S.
Lange, G., siehe Blasius, E.
Langer, S. H., siehe Sharkey, A. G.
Larrabee, G. B., siehe Graham, R. P.
Lassner, E., und Scharf, R. Zur Abtrennung von Niob, Tantal und Titan in Ferrotantalniob 21 [Or]
Lauer, F. J. Thermische Capillaranalyse 122
Laviron, É., siehe Tirouflet, J.
Lay, J. O. Spektrographische Analyse von Metallen 435
Lederer, M., siehe Kertes, S. — sowie Lefort, M.
Lee, A. V., siehe Mitchell, J. A.
Lefort, M., und Lederer, M. Bestimmung von Chrom(III)-sulfatkomplexen 295.
Lehmann, K., siehe Schormüller, J.
Lehongre, G., Tanner, H., und Rentschler, H. Papierchromatographische Bestimmung von Äpfelsäure 383
Leismann, A., und Turba, F. Bestimmung von Methionin 221
Leithe, W. Anwendung der Gaschromatographie 363
Leliaert, G., und Eeckhaut, J. Bestimmung von Calcium und Strontium in Gemischen durch Verdünnungsanalyse 39
Lennox, D. H. Quantitative Beugungs- und Absorptionsröntgenanalyse mit monochromatischem Licht 122
van Lente, K. A., siehe Willard, H. H.
Lenz, I., siehe Fijolka, P.
Leone, J. T., siehe Elving, P. J.
Leroux, J., Maffett, P. A., und Monkman, J. L. Röntgenabsorptiometrische Mikrobestimmung von Quecksilber und Jod 285
Lévy, R., siehe Debal, E.
Lewis, G. T., siehe Hausman, E. R.
Lewis, W. R., und Quackenbush, F. W. Bestimmung von Menadion 460
Lieber, E., Rao, C. N. Ramachandra, und Chao, T. S. Unterscheidung

von isomeren 4-Phenyl-5-amino-1,2,3-triazolen 317
Lieberman, S., siehe Bitman, J.
Lilie, H., und Rosin, H. Die photometrische Bestimmung des Aluminiums in legierten Stählen 261 [Or]
Lilie, H., und Sturzebecher, B, Bindung des Eisens mit Thioglykollsäure 261
Lindenbaum, S., Peters jr., T. V. und Rieman III, W. Trennung von kondensierten Phosphaten 44. — Siehe auch Beukenkamp, J.
Lindner, G. Analyse eines Gemisches von Pyridinbasen 56
van Ling, R., siehe Sixma, F. L. J.
Lingane, J. J. Gefäß für coulometrische Titrationen 45
Lingane, J. J., und Bard, A. J. Coulometrische Titration von dreiwertigem Antimon mit elektrolytisch erzeugtem Jod 44
Linser, H., und Kiermayer, O. Methoden zur Bestimmung pflanzlicher Wuchsstoffe 209 [L]
Linstead, R. P. und Weedon, B. C. L. A Guide to Qualitative Organic Chemical Analysis 201 [L]
Lipčinsky, A. Bestimmung von Thallium(I) durch innere Elektrolyse 41
Lippincott, S. W., siehe Eriksen, N.
Lipscomb, A. G., siehe Abson, D.
List, H. siehe Fachgruppe Wasserchemie: Vom Wasser 148 [L]
Lock, L. C., siehe Anderson, J. R. A.
Loew, M., siehe Rappaport F.
Longsworth, L. G. Bestimmung von Serumproteinen durch Elektrolyse 223
Loos, K., siehe Beling, A.
Lough, A. K., siehe Garton, G. A.
Lowden, G. F., siehe Christie, A. A.
Ludzack, F. J., Moore, W. A. und Ruchhoft, C. C. Störung von Glycin bei der Bestimmung von Rhodaniden und Cyaniden 287
Lüssem, H. siehe Fachgruppe Wasserchemie: Vom Wasser 148 [L]
Lunnon, J. B., siehe Holness, N. J.
Lurje, Ju. Ju., und Nikolajeva, Z. V. Bestimmung von Blei mit Dithizon oder Chromat 288
Lysenko, V. I., und Cyb, P. P. Polarographische Bestimmung von Gallium in ammoniaklischem Medium 286

Ma, T. S., Lang, R. E., und McKinley jr., J. D. Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl in aromatischen Nitroverbindungen 304. — Siehe auch Maurmeyer, R. K.
McAleer, W. J., und Kozlowski, M. A. Anwendung des Jod-Kaliumjodid-Farbtestes auf einige Oxyprogesterone 228. — Verteilung zur Untersuchung von steroidischen Sapogeninen 233
McAnally, J. S., siehe Hausman, E. R.
McArdle, B. Bestimmung von Brenztraubensäure und α-Ketoglutarsäure im Blut, Harn und Cerebrospinalflüssigkeit 219
McCance, R. A., und Widdowson, E. M. Bestimmung von Phytin 453
McComb, E. A., und McCready, R. M. Bestimmung von Acetylgruppen in Pektinen und in acetylierten polymeren Kohlenhydraten 72
McCord, W. M., siehe Aull, J. C.
McCormick, M. H., und Carter, H. E. Trennung von Inositphosphorsäureester 386
McCready, R. M., siehe McComb, E. A.
McCune, H. W., und Arquette, G. J. Amperometrische Bestimmung verschiedener Phosphate 293
Macdonald, A. M. G., siehe Belcher, R.
Machovka, P. P. Analyse eines Gemisches von Vanadiumoxyden 442
McKinley, jr., J. D., siehe Ma, T. S.
Macků, J., siehe Kalvoda, R.
Maclagan, N. F., siehe Bowden, C. H.
MacNevin, W. M., und Hakkila, E. A. Röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung von Palladium, Platin, Rhodium und Iridium 302
McNulty, B. J., Reynolds, G. F. und Terry, E. A. Fluoridbestimmung 136
Maennchen, K., siehe Mutschin, A.
Maffett, P. A., siehe Leroux, J.
Maitlis, P. M. Nachweis und Bestimmung von Isochinolin und Chinolin nebeneinander 57
Malhotra, O. P., und Anand, V. D. Estimation of Di- and Tri-Chloracetaldehydes in the Presence of Each Other 10 [Or]
Malissa, H. Schnellbestimmung kleiner Kohlenstoffmengen in anorganischen und organischen Substanzen 287
Malm, C. J., Tanghe, L. J., Laird, B. C., und Smith, G. D. Infrarotspektroskopie zur Unterscheidung von Celluloseacetaten 73
Malmstadt, H. V., und Fett, E. R. Automatischer Titrator für Phosphorsäurebestimmungen 443

Margit, G. Bibliographie der ungarischen chemischen Literatur 122 [L]
Markham, R. L., Jacobs, J. H., und Fletcher, E. T. D. Isolierung und Untersuchung von Mucoproteiden in Serum und Harn 224
Maros, L., siehe Schulek, E.
Martin, A. J. P., und James, A. T. Gaschromatographisches Gerät 124. — Siehe auch Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 121 [L]. — sowie Consden, R., und Howard, G. A.
Martin, E. C., siehe Anderson, J. R. A.
Martin, J. R., und Hayes, J. R. Abtrennung von Zinn durch Fällung mit Zink 41
Maruna, R. F. L. Colorimetrische Kaliumbestimmung im Serum 463
Mašek, J. Polarographisches Verhalten anorganischer Stickstoffverbindungen 43
Massie, W. H. S. Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 204
Mathis, C., und Duquénois, P. Papierchromatographische Abtrennung des Aconitins von seinen Hydrolyseprodukten Benzoylaconin und Aconin 208
Matsuhashi, M. Trennung von kondensierten Phosphaten durch Anionenaustausch 44
Matsuura, N., und Kojima, M. Bestimmung von Mikrogrammengen Antimon in Blei 396
Matweef, M. Nachweis von Weichweizenmehlen in Grieß und Teigwaren 62
Maurmeyer, R. K., und Ma, T. S. Trocknungsapparat 146
Mavrodineanu, R., siehe Gwirtsman, J.
Mayer, A., und Price, W. J. Chemical and Spektrographic Analysis of Magnesium and its Alloys 148 [L]
Megregian, S. Bestimmung geringer Fluoridmengen 299
Mehrotra, R. C., siehe Grover, K. C.
Meinhardt, G., siehe Hessler, W.
Meissner, H., siehe Holluta, J.
Meixner, N., siehe Petuely, F.
Meltzheim, C., siehe Pannetier, G.
Mendel, B., Kemp, A., und Myers, D. K. Bestimmung von Cellulose 226
Merz, W. Gerät zur gleichmäßigen strichförmigen Auftragung von größeren Flüssigkeitsmengen in der Papierchromatographie 130
Mester, L., siehe Jámbor, B., sowie Zemplén, G.
Meuche, D., siehe Simon, W.
van der Meulen, J. H. Reaktion von Jodsäure mit Bromwasserstoff 401
Meyer jr., A. S., siehe Ross, W. J.
Meyer, O. Beurteilung von Zahnpflegemitteln mit Hilfe der Schaumkraftzahl 80
Meyer, R. J., siehe Ravin, L. J.
Meyer, S., und Koch, O. G. Maßanalytische Bestimmung von Phosphor und Arsen in unlegiertem Stahl nach dem Differenzverfahren mit Chinolin-Ammonium-Molybdat 253 [Or]
Michailjan, N. K., siehe Sokolov, A. V.
Michal, J., Pavlíková, E., und Zýka, J. Die Bestimmung von Silber in Erzen 277 [Or]
Michel, G., siehe Goffart, G.
Michelson, C. E., siehe Koyama, K.
Milchwirtschaftsverband, internationaler. Fettbestimmung in flüssiger normaler Milch nach der gravimetrischen Methode von Röse-Gottlieb 386
Miller, J. M., und Kirchner, J. G. Bestimmung von Diphenyl in Citrusfrüchten 391. — Bestimmung von Cumarinverbindungen in Citrusölen 460. — Siehe auch Kirchner, J. G.
Milner, G. W. C., und Slee, L. J. Anwendung des Barker-Rechteckwellen-Polarographen 139
Milton, G. M., und Grummitt, W. E. Trennung der Erdalkalien 39
Minkoff, G. J., siehe Burt, R.
Mitchell jr., J., Kolthoff, I. M., Proskauer, E. S., und Weissberger, A. Organic Analysis 201 [L]
Mitchell, J. A., Bockman jr., C. D., und Lee, A. V. Bestimmung des Acetylgehaltes von Celluloseacetaten 73
Mitchell, L. C. Bestimmung von Benzoesäure, p-Hydroxybenzoesäure und Salicylsäure 314. — Empfindlichkeit der papierchromatographischen Nachweise von Insecticiden, Acariciden und Fungiciden 77. — Papierchromatographische Unterscheidung von Lindan und technischem Benzolhexachlorid 77
Mizukami, S., Amano, T., und Sakamoto, S. Bestimmung von 2-Methyl-4-amino-5-aminomethylpyrimidin 320
Molnár, L. Oscillographisch-polarographische Analyse von Alkaloiden 207

Monkman, J. L., siehe Leroux, J.
Monnier, D., und Zwahlen, P. Coulometrische Titrationen mit Dichromat 135
Montequi, R., Doadrio, A., und Serrano, C. Maßanalytische Bestimmung von Kalium nach Fällung als Kaliumtetraphenyloborat 282
Moore, F. L. Trennung und Bestimmung von Neptunium-237 und -239 47
Moore, L. Bestimmung von Schwefelsäure in Kupferbädern 443
Moore, S., und Stein, W. H. Ninhydrinmethode zur Bestimmung von verschiedenen Aminosäuren 222
Moore, W. A., siehe Ludzack, F. J.
Morgan, G. B., Lackey, J. B., und Gilcreas, F. W. Bestimmung organisch gebundenen Stickstoffs in Wasser und Abwasser 150
Morisaka, K., siehe Enoki, T.
Moritz, H. Spektrochemische Betriebsanalyse. Mit praktischen Ratschlägen für die Ausführung spektrochemischer Analysen im Betriebslaboratorium 148 [L]
Morries, P., siehe Isaacs, M. D. J.
Morrison, G. H., und Rupp, R. L. Spektrochemische Bestimmung von Borspuren in Silicium 394
Morrison, J. D., siehe Baker, B. B.
Moureu, H., siehe Debal, E.
Moyer, J. D., und Isbell, H. S. Analyse von mit ^{14}C markiertem Cyanid 42
Moyse-Mignon, H., siehe Paris, R
Müller, D. C. Streuung der β-Teilchen durch organische Substanzen 370
Müller, G. Bestimmung und Charakterisierung biologisch wichtiger Pyrrole 234
Müller, R. H. Relative Rückstreuung der β-Teilchen durch die Materie 370
Müller-Neuhaus, G., siehe Fachgruppe Wasserchemie: Vom Wasser 148 [L]
Mukaewaki, K. Schnellbestimmung von freier Säure, Eisen, Chrom und Flußsäure in einer Flußsäure-Salpetersäure-Metallbeizlösung 443
Mukherji, A. K., und Dey, A. K. Sodium Alizarin-3-Sulphonate as a Colorimetric Reagent for the Mocri-Determination of Uranium 98 [Or]
Mullen, P. W., siehe Schenker, H. H.
Munch, R. H., Prinzipien und Methoden der Gasadsorptions- und Gasverteilungschromatographie 363
Munk, H., siehe Scharrer, K.
Muraire, M. Nachweis und Bestimmung von Kalium mit Natriumtetraphenyloborat 281
Murata, T., siehe Shinagawa, M.
Murguly, K., siehe Bognár, J.
Mutschin, A., und Maennchen, K. Beiträge zur Kenntnis der Ultrarot-Absorptionsspektren verschiedener Phosphorverbindungen. 2. Mitteilung Alkalidiphosphate 81 [Or]
Myers, D. K., siehe Mendel, B.
Myers, H., siehe Spurr, R. A.
Myers, R. J., und Swift, E. H. Titriergefäß für coulometrische Titrationen 45
Mylius, G. Beurteilung von Zahnpflegemitteln mit der Schaumkraftzahl 80

Nagai, J. Isolierung und analytische Eigenschaften des „Fugu"-Giftes 239
Nakagiri, A., siehe Guymon, J. F.
Nakladova, K. A. Bestimmung von Borsäure in Vernickelungsbädern 443
Nekrassow, B. W., siehe Perelman, W. I.
Nelson, R. A., siehe Pro, M. J.
Němcová, D., siehe Knobloch, E.
Netto, I. Papierchromatographische Trennung von Farbstoffen, die zur Lebensmittelfärbung zugelassen sind 390
Neu, R. Quantitative Bestimmung langkettiger quartärer Ammoniumverbindungen 309. — Über die Unterscheidung zwischen Flavonglucosiden und Flavonen, VI. Mitteilung, Analytische Untersuchungen auf dem Flavon-Gebiet (Ergänzung) 433
Niclaus, W., siehe Schober, R.
Nietzel, O. A., und de Sesa, M. A. Spektralphotometrische Uranbestimmung 46
Nikolajeva, Z. V., siehe Lurje, Ju. Ju.
Nishiya, T., siehe Kamada, H.
Nixon, D. A., siehe Huggett, A. S. G.
Nohle, E. G., siehe Bender, R. C.
Norman, V. J., siehe Baghurst, H. C.
Northcote, D. H., siehe Fuller, K. W.
Norwitz, G., siehe Codell, M.
Notkina, M. A., und Solodovnik, S. M. Spektralanalytische Bestimmung der Verunreinigungen von Lithium, Strontium und Barium 153
Novák, J. V. A. Elektroden für kontinuierliche polarographische Bestimmungen 137

Nowakowski, T. Z., siehe Tinsley, J.

Obermayer, F., und Jolles, A. Bestimmung von Harnindican 238
Ochapkina, N. A., siehe Cheraskova, E. P.
Oehme, F., und Selkmann, K. Apparatur zur Hochspannungselektrophorese 366
Oishi, S., siehe Shinagawa, M.
O'Laughlin, J. W, siehe Banks, Ch. V.
Onrust, H. Bestimmung kleiner Mengen Quecksilber in synthetischen Lebensmittelfarben 382
Opel, H. Nachweis und Bestimmung von Patulin 240
Ornig, H., siehe Gamsjäger, H.
Ory, H. A., Warren, V. L., und Williams, H. B. Direkte colorimetrische Bestimmung von elementarem Schwefel 45
Osborn, G. H. Synthetic Ion-Exchangers. Recent Developments in Theory and Application 360 [L]
Ott, A. C., siehe Donia, R. A.
Ottaway, J. H. Verbesserte Mikrobestimmung von Tyrosin 220

Pachéco, H. Farbreaktion auf Flavonole 314
Pannetier, G., und Meltzheim, C. Analyse von Gemischen aus Luft, Schwefeldioxyd, Schwefeltrioxyd und Schwefelwasserstoff 433
Paris, R., und Moyse-Mignon, H. Nachweis von Cholin durch Papierchromatographie bei einigen Arzneipflanzen 80
Parsons, J. S., Seaman, W., und Amick, R. M. Gerät für coulometrische Titrationen 366
Passell, T. O., siehe Rubin, S.
Paterson, J. E. Spektrographische Bestimmung von Blei in gebleitem Stahl 398
Paul, M. F., siehe Bender, R. C.
Paul, W. D., siehe Routh, J. I.
Paulik, F., Paulik, J., und Erdey, L. Der Derivatograph. I. Mitteilung. Ein automatisch registrierender Apparat zur gleichzeitigen Ausführung der Differentialthermoanalyse, der thermogravimetrischen und der derivativthermogravimetrischen Untersuchung 241 [Or] — Der Derivatograph. II. Mitteilung. Gewichtsanalytische Mikrodestillationsmethode zur Untersuchung von Flüssigkeiten 321 [Or]
Paulik, J., siehe Paulik, F.
Pavlíková, E., siehe Michal, J.
Peaple, B. W. E., siehe Duncombe, W. G.
Pellerin, F., siehe Gautier, J.-A.
Pendse, G. P., Bhargava, H. D., und Sant, B. R. Gravimetric Determination of Silver as Silver Chromate 188 [Or]
Perelman. W. I., und Nekrassow, B. W. Taschenbuch der Chemie 121 [L]
Perepelkina, M. A., siehe Šajevič, A. B.
Pérez, N., und Gundlach, A. M. Chromatographische Bestimmung von Aminosäuren in Fischmehl 64
Person, M., siehe Fournier, R.-M.
Péter, F. Polarographische Untersuchung von Natriumdithionit 45
Peters, E. D., siehe Bruss, D. B.
Peters jr., T. V., siehe Lindenbaum, S.
Petuely, F., und Meixner, N. Vakuum-Umlaufverdampfer 146
Pfab, B., siehe Hegemann, F.
Phillips, C. Überblick über die Gaschromatographie 123
Phillips, J. P., siehe Spanyer, J. W,
Pifer, C. W., und Wollish, E. G. Bestimmung von 2-Methyl-4-amino-5-aminomethylpyrimidin 320
Pinus, A. M. Photocolorimetrische Bestimmung von Chrom in Chrommagnesit und anderen Erzen 440
Pitance, T., siehe Goffart, G.
Pitts, R. F., siehe Poulos, P. P.
Platonova, M. N. Polarographie bei der Verfolgung von Polymerisationsprozessen 449
Plessing, H., siehe Tschapke, H.
Pleticha, R. Chromatographie von Thiaminpräparaten 66
Poch, T. Übersicht über die Apparaturen zur papierelektrophoretischen Stofftrennung 365
Pohl, H. Photometrische Magnesiumbestimmung in Reinstaluminium, Aluminium und seinen Legierungen 155. — Photometrische Magnesiumbestimmung in Gußeisen mit Kugelgraphit 158
Polansky, O., siehe Kainz, G.
Polhill, R. D. A., siehe Johnson, E. I.
Pollard, F. H., und Banister, A. J. Papierchromatographische Trennung von Ammoniumchlorid, Hydrazin, Hydroxylamin, Phenylhydrazin und Phenylhydroxylamin 43

Pollock, J. R. A., siehe Hudson, J. R.
Poluektov, N. S., Kononjenko, L. I., und Suričan, T. A. Komplexometrische Bestimmung von Zirkonium und Hafnium mit p-Nitrophenylazobrenzcatechin als Indicator 290
Poós, L., siehe Györbíró, K.
Popova, N. M., siehe Zaslavskaja, L. V.
Porath, J. Cellulose-Ionenaustauscher für die Chromatographie 132
Posternak, S., und Posternak, Th. Trennung von Inositphosphorsäureestern 386
Posternak, Th., siehe Posternak, S.
Poulos, P. P. Plasmadialyse und ihre Anwendung zur Bestimmung der diffundierbaren Calciumfraktion 212
Poulos, P. P., und Pitts, R. F. Flammenphotometrische Calciumbestimmung in Plasma und Urin 212
Prat, Y., siehe Saenz Lascano Ruiz, I.
Pregl, F. Kupfer- oder Aluminiumblock zur Analyse mittels Sublimation 371
Přibil, R., siehe Körbl, J.
Price, W. J., siehe Mayer, A.
Priestley jr., W., siehe Dudenbostel jr., B. F.
Prieto-Bouza, A., siehe Bermejo-Martínez, F.
Pro, M. J., und Nelson, R. A. Flammenphotometrische Bestimmung von Mg in Whisky 61
Proctor, K. A., siehe Elvidge, D. A.
Prodinger, W. Organische Fällungsmittel in der quantitativen Analyse 359 [L]
Proskauer, E. S., siehe Mitchell jr., J.
Prostak, A., siehe Witten, B.
Proszt, J., siehe Györbíró, K.
Provorov, V. N., siehe Cheraskova, E. P.
Pungor, E., und Rokosinyi, E. H. Mechanismus der Adsorptionsindikation von Metanilgelb 375
Pungor, E., und Schulek, E. Adsorptionsindikation von Metanilgelb 375
Pust, H., siehe Greene, S. A.

Quackenbush, F. W., siehe Lewis, W. R.
Quastel, J. H., siehe Johnstone, R. M.

Rábek, V. Auswahl von Lösungsmittel-Systemen in der Papierchromatographie 127
Rabinowitz, J. L. Apparat zur nassen Verbrennung von organischen Substanzen und zur Sammlung von Kohlendioxyd 306
Rader jr., L. F., siehe Wahlberg, J. S.
Rády, M., siehe Szekeres, L.
Ramírez-Muñoz, J., siehe Burriel-Martí, F.
Ransaw, H. C., siehe Binder, J. L.
Rao, B. S., Krishna, Sarma, D. V. N., und Rao, Bh. S. V. Raghava. A Rapid Method for the Separation of Tantalum from Niobium and of the Mixed Oxides from Zirconia 351 [Or]
Rao, Bh. S. V. Raghava, siehe Jayarama Reddy, P., sowie Rao, B. S. Krishna
Rao, C. N. Ramachandra, siehe Lieber, E.
Rao, G. Gopala, und Sartri, T. P. Phthalocyanines as Oxidation-Reduction Indicators. Part I. Use of Copper Phthalocyanine Tetrasulphonic Acid (Cu-PTS). Cerimetric Determination of Iron(II) and Ferrocyanide 109 [Or]. — Siehe auch Gowda, H. S., sowie Rao, G. Jagga, und Rao, V. Panduranga
Rao, G. Jagga, Rao, K. Bhaskara, und Rao, G. Gopala, Volumetric Determination of Mercury(I) with Permanganate 115 [Or]
Rao, K. Bhaskara, siehe Gowda, H. S., sowie Rao, G. Jagga
Rao, V. Panduranga, und Rao, G. Gopala A New Volumetric Method for the Determination of Uranium(VI) Photochemical Reduction with Ether 190 [Or]
Rappaport, F., und Loew, M. Colorimetrische Bestimmung von Gesamtprotein, Albumin und Fibrinogen in Serum und Plasma 223
Ravin, L. J., Meyer, R. J., und Higuchi, T. Quantitative Trennung und Bestimmung von Mono-, Di- und Tristearinen in Mineralöl 448
Ráy, H. N., und Bhattacharayya, N. P. Gravimetrische Bestimmung von Uran(VI) 400
Rebelein, H. Unterscheidung naturreiner von gezuckerten Weinen 382
Reddy, A. de M., siehe Bitman, J.
Reeskamp, C. J., siehe van Brederode, H.
Reimers, H. Regeneration von Kaliumtetraphenyloborat 378. — Siehe auch Gagliardi, E.

Remky, H. Photometrische Auswertung nichttransparanter Papierelektropherogramme 366
Renault, J., und Gautier, J. A. Bestimmung der Alkalisalze langkettiger Alkylschwefelsäuren primärer Alkohole 309. — Siehe auch Gautier, J.-A.
Rentschler, H., siehe Lehongre, G.
Reynolds, G. F., siehe Beveridge, J. S., sowie McNulty, B. J.
Rice, R. G., siehe Kirchner, J. G.
Riddick, J. A., siehe Jones, L. R.
Rieman III, W., siehe Beukenkamp, J., sowie Lindenbaum, S.
Riffart, H., und Keller, H. Bestimmung von Eigehalt in Eierteigwaren 387
Roberson, Ch. E., und Austin, C. M. Colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen von Aziden 78
Robnett, O., siehe Kingsley, G. R.
Rockenbauer, W., und Brandenstein, M. Eine Methode zur spektrographischen Bestimmung von Selen 104 [Or]
Rodríguez-Señas, J., siehe Burriel-Martí, F.
Röck, H. Ausgewählte moderne Trennverfahren zur Reinigung organischer Stoffe 202 [L]
Röth, K. Papierchromatographie auf dem Seifengebiet 130
Rokosinyi, E. H., siehe Pungor, E.
Romanova, E. V., siehe Gorjušina, V. G.
Romijn, H. M. Mikrochemische Identifizierung von Barbitalen 457
Rosenfeld, B. Mikrobiologische Bestimmung kleiner Mengen Äthanol und Butanol 309
Rosenthaler, L. Bromacidimetrische Titrationen 142
Rosin, H., siehe Lilie, H.
Ross, W. J., Meyer jr., A. S., und White, J. C. Bestimmung geringer Mengen Bor in Fluoriden 71
Rosselet, J.-P., siehe Bitman, J.
Roušar, I., siehe Balej, J.
Routh, J. I., Paul, W. D., Arredondo, E., und Dryer, R. L. Halbmikrobestimmung von Salicylat in Blut 225. — Siehe auch Dryer, R. L.
Rozmanith, J., siehe Szonntagh, J.
Rubin, S., Passell, T. O., und Bailey, L. E. Chemische Analyse von Oberflächen durch kernphysikalische Methoden 369
Ruchhoft, C. C., siehe Ludzack, F. J.
v. Rudloff, E. Methoxylbestimmungen 53
Rueggeberg, W. H. C., siehe Gehauf, B.
Ruggieri, R. Bestimmung von Vanadium 49. — Spektralphotometrische Bestimmung von Eisen(III) und Vanadium 49
Runge, F., siehe Fijolka, P.
Rupp, R. L., siehe Morrison, G. H.
Rusznák, I., Králik, I., und Fukker, K. Polarographische Bestimmung der Methylenblauzahl hochcarboxylierter regenerierter Cellulosen 449
Ružička, E. Verschiedene Reagentien zur Bestimmung von Zinn 288
Ryce, S. A., und Bryce, W. A. Gaschromatographische Trennung verschiedener Stoffe 125

Saenz Lascano Ruiz, I., und Prat, Y. Titrimetrische Bestimmung von Milchsäure in mit Formalin konservierter Milch 63
Sahota, S. S., siehe Singh, B.
Šajević, A. B., und Perepelkina, M. A. Spektralanalytische Untersuchung von Silicomanganen 155
Sakamoto, S., siehe Mizukami, S.
Šalja, V. V. Apparatur zur Entnahme von Gasproben bei niedrigen Drucken 126
Sallmann, R., siehe Anderegg, G.
Samsel, E. P., und Aldrich, J. C. Colorimetrische Bestimmung von in Mineralölen gelösten Cellulosederivaten 449
Samuelson, O. Bestimmung der Alkalimetalle mit Kationenaustauschern 1
Šanda, V., siehe Davídek, J.
Sandell, E. B. Zinkbestimmung nach der Einfarben-Dithizonmethode 150
Sant, B. R. Elektrometrischer Endpunkt bei argentometrischen Bestimmungen von Cer(IV) 287. — Siehe auch Pendse, G. P.
Sarma, D. V. N., siehe Jayarama Reddy, P., sowie Rao, B. S. Krishna
Sarma, P. L., siehe West, Ph. W.
Sartri, T. P., siehe Rao, G. Gopala
Sasaki, M., siehe Tanaka, N.
Sass, S., siehe Gehauf, B.
Satō, H. Polarographie einiger organischer Verbindungen 313
Satō, K., siehe Kamada, H.
Saville, B. Bestimmung von Mikrogrammengen phosphorylierender und acylierender Agentien 307

Saxena, R. S. Conductometric Studies on the Composition of Mercuric Ferricyanide Complex 353 [Or]. — Potentiometric Determination of Lead 194 [Or]
Scarano, E. Aluminium-Indicatorelektroden bei potentiometrischen Neutralisationstitrationen 135
Scemama, M. Colorimetrische Bestimmung von Pyridoxin im Harn 233
Scharf, R., siehe Lassner, E.
Scharrer, K. Biochemie der Spurenelemente 211 [L]
Scharrer, K., und Jung, J. Chloridbestimmung in pflanzlichen und tierischen Substanzen 214
Scharrer, K., und Munk, H. Veraschung von organischem Analysenmaterial 52
Scheer, R., siehe Bahrdt, W.
Scheibe, G., siehe Krempl, H.
Scheibl, F., und Stöhr, R. Nachweis von E 605 in biologischem Material 464
Schenker, H. H., Casto, C. C., und Mullen, P. W. Bestimmung von ε-Caprolactam in Nylon 6 75
Schierbaum, F., siehe Ulmann, M.
Schilling, K., siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 147, 148 [L]
Schinkel, H., siehe Schuhknecht, W.
Schinzel, E., siehe Kainz, G.
Schmall, M., Wollish, E. G., Colarusso, R., Keller, C. W., und Shafer, E. G. E. Papierchromatographische Trennung saurer organischer Verbindungen 51
Schmidt, W. Neuer Spektrograph mit Direktablesung zur Analyse von Nichteisen-Metallegierungen 361
Schmitz, B. Komplexometrische Bestimmung des Zinks, Bleis und Quecksilbers in offizinellen Salben 319
Schmitz, W., siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 148 [L]
Schneider, H. E., siehe Benedetti-Pichler, A. A.
Schober, R., Christ, W., und Niclaus, W. Qualitative Charakterisierung der niedermolekularen Stickstoffbestandteile der Milch 63
Schoenberg, A. N-(4,4′-Dimethoxybenzohydriliden)-benzylamin als Reagens auf Schwefel 45
Schöniger, W. Bestimmung von Stickstoff, Wasserstoff und Kohlenstoff in organischen Verbindungen mit einer Einwaage 303
Schormüller, J., Belitz, H.-D., und Lehmann, K. Trennung und Bestimmung von Phosphothreonin, Serin und Threonin 221, 222
Schormüller, J., Höhne, R., und Würdig, G. Bestimmung von Phytin 453
Schormüller, J., und Würdig, G. Trennung und Identifizierung einzelner Inositphosphorsäureester 386
Schramm, W. Chemische und biologische Laboratorien, Planung, Bau und Einrichtung 462 [L]
Schrank, A. R., siehe Wiegand, O. F.
Schrecker, A. W. Kugelrohranordnung bei Vakuumdestillationen 146
Schröder, E., und Thinius, K. Bestimmung von Terylen 378
Schütz, E. Abtrennung von Zinn durch Fällung mit Zink 41
Schuhknecht, W., und Schinkel, H. Die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium, Strontium und Barium nebeneinander 23 [Or]
Schulek, E., und Maros, L. Analytik und Chemie der Dithionite 295
Schulek, E., und v. Villecz, P. Bestimmung von Arsen 318
Schumacher, E., Focussierender Ionenaustausch 133
Schumacher, E., und Streiff, H. J. Focussierender Ionenaustausch 133
Schumacher, H., siehe Büchi, J.
Schwarz-Bergkampf, E., siehe Gamsjäger, H.
Schwarzenbach, G., siehe Anderegg, G., sowie Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 122 [L]
Scott, P. G. W., siehe Ballard, C. W.
Seaman, W., siehe Parsons, J. S.
Seher, A., und Arends, W. Die Bestimmung der Jodzahl 384
Sekiguchi, M., siehe Fukamauchi, H.
Selden, G. L., und Westphal, U. Gerät zur kontinuierlichen Papierelektrophorese von Proteinen 365
Selkmann, K., siehe Oehme, F.
Serrano, C., siehe Montequi, R.
de Sesa, M. A., siehe Nietzel, O. A.
Shafer, E. G. E., siehe Schmall, M.
Sharkey jr., A. G., Friedel, R. A., und Langer, S. H. Massenspektren von Tirmethylsilylderivaten 53
Shaw, A. C., und Dignam, M. Trennung und Erkennung verschiedenartiger Verbindungen in Sulfitablauge 71

Shaw, D. M., Joensuu, O. I., und Ahrens, L. H. Nachweis von Selen mit Hilfe des Doppelbogens 105
Shaw, W. M. Bestimmung des austauschbaren Magnesiums in Böden 445
Shinagawa, M., Murata, T., und Oishi, S. Polarographische Bestimmung kleiner Mengen Barium in Blei 396
Shuey, P. M. Bestimmung von Phosphorsäure in Düngemitteln 443
Sieglitz, A., siehe Diemair, W.
Siering, H. Photometrische Bestimmung des Gesamt-Phosphors im Blut 213
Silk, M. H., und Hahn, H. H. Säulen für die Trennung von Fettsäuren 55
Simon, W. Mikrotitration organischer Verbindungen 51
Simon, W., und Heilbronner, E. Mikrotitration organischer Verbindungen 51
Simon, W., Kováts, E., Chopard-dit-Jean, L. H., und Heilbronner, E. Mikrotitration organischer Verbindungen 51
Simon, W., Meuche, D., und Heilbronner, E. Mikrotitration organischer Verbindungen 51
Simpson, J. S., und Harris, D. F. Mikrobiologische Bestimmung von Vitaminen und Aminosäuren 390
Simpson, S. A., siehe Ayres, P. J.
Singh, B., Sahota, S. S., und Singh, S. Sodium Hypochlorite as Volumetric Reagent. I. Determination of Organic Derivatives of Hydrazine 429 [Or]
Singh, S., siehe Singh, B.
Six, C. W. Th., siehe Vos, H. J.
Sixma, F. L. J., Hendriks, H., Helle, K., Hollenstein, U., und van Ling, R. Herstellung von markiertem Cyanid 42
Skaliks, H. C. Nachweis einiger Sympathicomimetica auf Papierchromatogrammen 206
Skinner, D. L., siehe Wahlberg, J. S.
Skobec, E. M., und Belinskaja, N. I. Bestimmung von Mangan in Kupferlegierungen 393
Škrobot, Z. P., siehe Ginsburg, L. B.
Slabaugh, W. H., siehe Kupka, F.
Slee, L. J., siehe Milner, G. W. C.
Smith, E. L. Maßanalytische Bestimmung von Wasser in Alkoholen 444
Smith, G. D., siehe Malm, C. J.
Smoleř, I. Horizontale Capillarelektrode in der Polarographie 136
Smythe, L. E. Stromquelle mit Stromintegration für automatische coulometrische Titrationen 366
Snyder, L. J. Bestimmung von Blei nach dem Einfarbenverfahren 381
Sobel, Ch., und Henry, R. J. Chromatographisch-fluorimetrische Bestimmung von Adrenalin, Noradrenalin, in Urin oder Gewebe 225
Sokolov, A. V., Michailjan, N. K., und Korotajeva, G. F. Verwendung des Fischer-Reagenses zur Bestimmung kleiner Wassermengen 380
Solodovnik, S. M., siehe Notkina, M. A.
Spálenka, M. Polarographie in der metallurgischen Praxis 139
Spanyár, M., Kiszel, M., und Kevei, E. Polarographische Bestimmung von Riboflavin und Thiamin in Lebensmitteln 65
Spanyer, J. W., und Phillips, J. P. Trennung von C_1- bis C_5-Alkoholen 308
Speck jr., J. C., und Forist, A. A. Bestimmung von Äthylenoxyd in Lebensmitteln 66
Spengler, G., und Hauf, G. Zerlegung von Kohlenwasserstoff-Gemischen mit Hilfe verschiedener Methoden und deren Anwendung auf Wachse 452
Spingler, H. Colorimetrische Bestimmung von N-(4-Methylbenzolsulfonyl)-N'-butylharnstoff 227
Spurr, R. A., und Myers, H. Bestimmung von Anatas- und Rutilgehalt in Titandioxyd 70
Squirrell, D. C. M., siehe Haslam, J.
Stähli, H. Bestimmung der Jodzahl 384
Stallmann, H. Anwendung des Gitterspektrometers in der Metallanalyse 153
Stankova, S. M., siehe Fainberg, S. Ju.
Stanley, W. L., und Vannier, S. H. Analyse von Cumarinverbindungen in Citrusölen 460
Stanley, W. L., Vannier, S. H., und Gentili, B. Quantitative Bestimmung von Diphenyl in Citrusfrüchten 391
Stark-Mayer, C., siehe Feigl, F.
Stein, W. H., siehe Moore, S.
Stelzner, R. W., und Kelley, M. T. Ausführung von Hochfrequenztitrationen bei höheren Konzentrationen 368

Stengel, E., Haftka, F. J., und Krempl, H. Funken- und Bogenlinien bei der Spektralanalyse von Metallegierungen 153
Stephens, E. R., Hanst, P. L., und Doerr, R. C. Trennung von Peroxypropionsäure und Peroxybuttersäure 55
Stöhr, R., siehe Scheibl, F.
Štokr, J. Polarographische Eiweißbestimmung 222
Stone, W. R., siehe Holness, H.
Straub, F. B. Extraktion von Kaninchenmuskeln mit Wasser 224
Streiff, H. J., siehe Schumacher, E.
Stuckey, R. E., siehe Isaacs, M. D. J.
Sturzebecher, B., siehe Lilie, H.
Sugino, M., siehe Tanaka, N.
Sulser, H. Untersuchungen über Jodzahlbestimmungen 385
Sundt, E., und Winter, M. Trennung der 3,5-Dinitrobenzoesäureester aliphatischer Alkohole von C_1 bis C_{12} 52
Suričan, T. A., siehe Poluektov, N. S.
Sutcliffe, P. Bestimmung von Kupfer mit Bis-cyclohexanonoxalyldihydrazon 282. — Siehe auch Haywood, L. J. A.
Suter, H., und Hadorn, H. Mikrobestimmung von Chlorid 335 [Or]. — Siehe auch Hadorn, H.
Svennerholm, L. Colorimetrische Bestimmung von Sialinsäuren 58
Swift, E. H., siehe Myers, R. J.
Szádecky-Kardoss, G., siehe Ferenczy, Z.
Szczesny, E. Photometrische Chrombestimmung in Aluminium und Aluminiumlegierungen 435
Szekeres, L. Über die titrimetrische Bestimmung der Bromidionen 198 [Or]
Szekeres, L., Kardos, E., und Rády, M. Über die Bestimmung der Jodat- und Perjodationen nebeneinander 401 [Or]
Szonntagh, J., und Rozmanith, J. Polarographische Galliumbestimmung 286

Tabushi, M., siehe Ishinashi, M.
Tait, J. F., siehe Ayres, P. J.
Takashima, Y. Bestimmung von Orthophosphat, Pyrophosphat und Triphosphat mit Hexaminkobalt(III)-chlorid 293
Tammes, A. R., siehe Dryer, R. L.
Tanaka, N., Kodama, M., Sasaki, M., und Sugino, M. Amperometrische und potentiometrische Bestimmung von Kupfer und Blei 282
Tanaka, S. IR-Absorptionsspektren von o- und p-alkylierten Phenolen 313
Tanaka, T. Sulfosalicylsäure als Maskierungsmittel 145. — Analyse von Ilmenit und Titanweiß 439. — Siehe auch Iritani, N.
Tananajeva, A. N. Schnellbestimmung von Carbiden 69
Tanghe, L. J., siehe Malm, C. J.
Tanihara, H., siehe Endo, Y.
Tanner, H., siehe Lehongre, G.
Tatlow, J. C., siehe Belcher, R.
Terry, E. A., siehe McNulty, B. J.
Thinius, K., siehe Schröder, E.
Thompson, J. A., siehe Banks, Ch. V.
Thon, D., siehe Beling, A.
Thorn, F. Lichtelektrisches Gitterspektrometer im Stahlwerksbetrieb 151
Tietz, N., siehe Tûma, H.
Timell, T. Celluloseionenaustauscher in der Chromatographie 132
Tinsley, J., und Nowakowski, T. Z. Cerimetrische Bestimmung von Harnsäure 235
Tirouflet, J., und Laviron, É. Polarographie von Thiazolderivaten 57
Tiselius, A., siehe Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 121 [L]
Toda, S., siehe Kamada, H.
Todd, J. E., siehe Kaufman, J. J.
Toennies, G., siehe Bakay, B.
Török, T. Auswertegeräte für die Spektralanalyse 361
Tompsett, S. L., siehe el Darawy, Z. I.
Trabanelli, G., siehe Bighi, C.
Tryon, M. Apparat zur Wasserbestimmung 379
Tschapke, H., und Plessing, H. Chromatographische Trennung der Vitamine A und D in pharmazeutischen Präparaten 461
Tucker, B. M. Komplexometrische Titration von Calcium mit Calcein als Indicator 285
Tucker, H. T. Colorimetrische Bestimmung von Uran 297
Tûma, H., und Tietz, N. Photometrische Bestimmung von Zirkonium 292
Turba, F., siehe Leismann, A.
Turner, B. M. Anordnung zur Ausführung rascher ionophoretisch-chromatographischer Trennungen 362

Tužilina, N. V., siehe Kramer, S. Je.
Tyllová, M., siehe Dušinský, G.

Udenfriend, S., siehe Brody, B. B.
Ulman, M., und Schierbaum, F. Feuchtigkeitsbestimmung in Stärke 386
Urbach, K. F. Konzentrieren von Lösungen für die Papierchromatographie 129

Vaníčková, E., siehe Buděšínský, B.
Vannier, S. H., siehe Stanley, W. L.
Vastagh, G., siehe Zöllner, E.
Vecsernyés, L. Spektrochemische Analyse der Elektronenröhren-Kathodennickellegierungen 332 [Or]
Venturello, G., und Ghe, A. M. Anwendung von Cellulosesäulen zur systematischen Analyse von Spezialstählen 398
Vignes, R., und Chervet, P. Trennung von Pyridinbasen 56
v. Villecz, P., siehe Schulek, E.
Volke, J., siehe Holubek, J.
Volková, V. Anwendung der Polarographie in der Pharmazie 79
Volková, V., und Icha, F. Bestimmung von Bromoform in verschiedenen Arzneimitteln 456
Volodarskaja, R. S., siehe Budanova, L. M.
Vos, H. J., Wessels, H., und Six, C. W. Th. Quantitative Bestimmung der Antioxydantien Propyl-, Octyl- und Dodecylgallat in Ölen und Fetten 383
Voss, K., siehe Gerngross, O.
de Vries, H. Identifizierung von Glucosulfonum 320
Vydra, F., und Čelikovský, J. Spektrophotometrische Bestimmung von Gold als $AuCl_4$ oder $AuBr_4$ 283

Wachtel, U., siehe D'Ans, J.
Wagner, G., und Böhm, M. Papierchromatographischer Nachweis von Methylarbutin neben Arbutin 461
Wahlberg, J. S., Skinner, D. L., und Rader, jr., L. F. Maßanalytische Bestimmung von Uran 297
Wahler, B. E. Colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen Inulin in tierischem Gewebe 226
Wakamatsu, S. Bestimmung von Vanadium in Stahl, Ferrovanadin u. dgl. 400
Walley, C. A., siehe Chalmers, R. A.
Warren, V. L., siehe Ory, H. A.
Watanabe, S., und Yamagata, N. Bestimmung von Natrium und Kalium in pflanzlichem Material 445
Watters, J. I., und Kolthoff, I. M Bestimmung von Mangan(II)-lösungen 299
Weedon, B. C. L., siehe Linstead, R. P.
Wehle, H., Beurteilung von Zahnpflegemitteln mit der Schaumkraftzahl 80
Weidenbach, G., siehe Kögler, H.
Weiner, R., und Borris, P. Die maßanalytische Bestimmung des Molybdäns 343 [Or]
Weisinger, K. Anordnung zur Polarographie 464
Weiss, C. F. Radioaktive Analysenmethoden 368
Weissberger, A., siehe Mitchell jr., J.
Weisz, H. Ringofenmethode in der Analyse 378. — Siehe auch Knödel, W.
Welch, C. M., und West, Ph. W. Mikronachweis organischer Phosphorverbindungen 307
Wencke, K. Gasadsorptionschromatographische Bestimmungsmethode für Stickstoff, Kohlenoxyd und Methan 363
Wendland, H., siehe Geldmacher-Mallinckrodt, M.
Wendlandt, W. W. Konduktometrische Bestimmung von Thalium(I) mit Natriumtetraphenyloborat 42
Wernimont, G., siehe Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 122 [L]
Wessels, H., siehe Vos, H. J.
Wessely, F., siehe Kainz, G.
West, Ph. W., und Sarma, P. L. Tüpfelnachweis von Nitraten 44. — Siehe auch Welch, C. M.
Westphal, U., siehe Selden, G. L.
Wetlesen, C. U. Spektralphotometrische Bestimmung von Kupfer in Eisen, Stahl und Eisenlegierungen 69
Wetlesen, C. U., und Gran, G. Bestimmung von Kupfer mit Bis-cyclohexanon-oxalyl-dihydrazon 69
Wetzel, W., siehe Krebs, K. G.
Whistler, R. L., und Hickson, J. L. Papierchromatographische Auftrennung von Getreidesirup 385
White, J. C., siehe Ross, W. J.
Wickham, K. A. Bestimmung von Schwefelsäure in Kupferbädern 443

Widdowson, E. M., siehe McCance, R. A.
Wiegand, O. F., und Schrank, A. R. Konzentrierung von Lösungen für die Papierchromatographie 128
Wiesenberger, E. Elektronenmikroskopisch auswertbare Reaktionen 373. — Bestimmung von Alkalimetallen 1
Wiggers de Vries, M. J., siehe Keuning, K. J.
Wilhide, W. D., siehe Brabson, J. A.
Wilkinson, J. H., siehe Bowden, C. H.
Willard, H. H., van Lente, K. A., und van Atta, R. E. Flammenphotometrischer Praktikumsversuch für Studenten 361
Williams, H. B., siehe Ory, H. A.
Williams, J. F. Bestimmung von Farbstoffen in Nahrungsmitteln 59
Wilson, G. B., siehe Gehauf, B.
Wing, W. T. Bestimmung von Chlorkresol 319
Winter, M., siehe Sundt, E.
Wisfeld, W., siehe Fachgruppe Wasserchemie: vom Wasser 148 [L]
Witten, B., und Prostak, A. Herstellung empfindlicher Nachweisstifte für geringe Mengen Phosgen, Blausäure, Chlorcyan und Lewisit 126. — Siehe auch Gehauf, B.
Wix, P., und Hopton, J. W. Fettextraktion im Halbmikromaßstab 147
Wolf, G. E., siehe Kingsley, W. K.
Wolfe, M. Papierchromatographische Aminosäurebestimmung 219
Wolfenden, J. H. Haltbarkeit von wäßrigen Jodlösungen 376
Wolfram, W. E., siehe Kingsley, W. K.
Wolfson, W. Q., Cohn, C., Calvary, E., und Ichiba, F. Bestimmung von Serumproteinen durch Elektrophorese 223. — Siehe auch Cohn, C.
Wollish, E. G., siehe Pifer, C. W., sowie Schmall, M.
Wolszon, J. D., Hayes, J. R., und Hill, W. H. Trennung des Bors von störenden Ionen 41
Würdig, G., siehe Schormüller, J.
Wyld, G. E. A., siehe Bruss, D. B.

Yamagata, N., siehe Watanabe, S.
Yamamoto, K. Polarographische Bestimmung von Kupfer, Zink und Mangan in Pflanzenaschen 445
Yanagisawa, F. Bestimmung von Calcium in biologischen Flüssigkeiten 211
Yarwood, J. I., siehe Barr, T.
Yemm, E. W., und Cocking, E. C. Photometrische Bestimmung von Aminosäuren 220
Yentsch, Ch. S. Standardbestimmung von Chlorophyll 453
Yoshino, Y., und Kojima, M. Bestimmung von Antimonspuren in Blei 396

Zacherl, M. K., siehe Internationaler Kongreß für reine und angew. Chemie 122 [L]
Zaslavskaja, L. V., und Popova, N. M. Bestimmung von gebundenem Kohlenstoff in niedriglegierten Konstruktionsstählen 159
Zavarov, G. V. Direkte Titration von Sulfat 46
Zemplén, G., Mester, L., und Eckhart, E. Untersuchung von d-Galaktodiphenylformazan 141
Ziegler, M., Glemser, O., und von Baeckmann, A. Die photometrische Bestimmung des Titans durch Extraktion als Tributylammonium-Titan-Sulfosalicylat 324 [Or]
Zijp, J. W. H. Quantitative Bestimmung von Antioxydantien in Gummiprodukten 451
Zimmermann, H., siehe Abresch, K.
Zimmermann, W. Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 304
Zöllner, E. und Vastagh, G. Bestimmung von Novocain, Anästhesin und verschiedenen Sulfonamiden 206
Zuman, P. Polarographische Bestimmung von Vitaminen 65
Zwahlen, P., siehe Monnier, D.
Zýka, J., siehe Berka, A., sowie Michael, J.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Absorptionsröntgenanalyse, Verwendung von monochromatischem Licht 122
Absperrventil für Austauschersäulen 132
Abwasser, Bestimmung verschiedener Metalle 149; von Quecksilber 137; von organisch gebundenem Stickstoff 150; von Sauerstoff 464
Acaricide, Nachweis- und Bestimmungsverfahren 77
Acetamid, Reaktion mit Bromlösung 268
Acetat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Aceton, Reaktion mit Bromlösung 268; Bestimmung mit alkalischer Bromlösung 274; Bestimmung in verdünnter, benzolischer und wäßriger Lösung 54
Acetonsemicarbazon, Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430
7-Acetoxyphenoxazon-(2) zur Zinnbestimmung 288
Acetylen, gaschromatographische Abtrennung 124
Acetylgehalt, Bestimmung in Celluloseacetaten 73
Acetylgruppen, Bestimmung in Pektinen und Kohlenhydraten 72
Acetylresorufin zur Zinnbestimmung 288
Acetylsialinsäure, Bestimmung 58
Acidimetrie mit Hilfe der Dead stop-Methode 368
Aconin, Abtrennung von Aconitin 208
Aconitin, Abtrennung von seinem Hydrolyseprodukten 208
Acrylsäurenitril, polarographische Bestimmung 449
Acylierende Agentien, Bestimmung von Mikrogrammengen 307
Additionsverbindungen, papierchromatographischer Nachweis lockerer Additionsverbindungen 130
Adenin, Bestimmung und Abtrennung 58
Adrenalin, Nachweis 206, 315; Bestimmung in Urin und Gewebe 225
Adrenocorticoidsteroide, Identifizierung 232
Adrianol, Nachweis 206
Adsorbentien, Einstellung der Aktivität in der Chromatographie 362
Äpfel, Bestimmung von Quecksilber 61
Äpfelsäure, papierchromatographische Bestimmung 383
Äthan, gaschromatographische Abtrennung 124, 363
Äthanol, mikrobiologische Bestimmung kleiner Mengen 309; Reaktion mit Bromlösung 268
Äther, gaschromatographische Trennung 363
Ätherische Öle, Nachweis von Thujon 60; Bestimmung von Linalol 459
7-Äthoxyphenoxazon-(2) zur Zinnbestimmung 288
Äthylalkohol, siehe Äthanol
Äthyl-chloroformiat, Bestimmung 307
Äthyl-crotyl-barbitursäure, Analytik 160; Bestimmung in Gemischen und Arzneimitteln 458
Äthyl-crotyl-barbitursaures Natrium, titrimetrische Bestimmung 458
Äthylen, gaschromatographische Abtrennung 124; kontinuierliche Bestimmung von Sauerstoff in Äthylen 137
Äthylendiamin-NN′-bis(o-hydroxyphenylessigsäure, Untersuchung des Komplexes mit Eisen(II) 301
Äthylenoxyd, Bestimmung in Gewürzen 66
Äthylmercaptan, gaschromatographische Abtrennung 125
Äthylresorufin zur Zinnbestimmung 288
Aktivierungsanalyse, Anwendung 368
Aktivität der Adsorbentien, Einstellung in der Chromatographie 362
Alanin, Nachweis 315; Bestimmung in Fischmehl 65
Albumin, Bestimmung in Serum und Plasma 223
C_{14}-Aldehyd, polarographische Bestimmung 80
Aldehyde, Bestimmung 378; Nachweis von freien und gebundenen Aldehyden in Branntwein 60
Aldosteron, Bestimmung in biologischen Extrakten 230
Alkali, flammenphotometrische Bestimmung in Glas 281
Alkalidiphosphate, Ultrarotspektren 81
Alkalien, Untersuchung durch oscillographische Polarographie 138

Alkalimetalle, Bestimmung mit Kationenaustauschern 1; Bestimmung von Spuren Zink 67
Alkalische Bromlösung als volumetrisches Reagens 267, 274
Alkalische Lösungen, oxydimetrische Titrationen 373
Alkaloide, Fällung mit Tetraphenylborat 455; Trennungs- und Bestimmungsverfahren 207, Bestimmung 378; oscillographisch-polarographische Analyse 207; Bestimmung in Cotarnin-Narcotin- und Hydrastinin-Hydrastin-Gemischen 207; in biologischem Material 236
Alkohole, Massenspektren der Trimethylsilylderivate 53; Oxydationsstufen in der Polarographie 136; Bestimmung des aktiven Wasserstoffes 203; der Alkalisalze von Alkylschwefelsäuren primärer Alkohole 309; Nachweis sekundärer Alkohole 315; gaschromatographische Trennung 363; Trennung von C_1- bis C_5-Alkoholen 308; aliphatischer Alkohole von C_1 bis C_{12} 52; Trennung der Alkohole von Kohlenwasserstoffen 452; von den entsprechenden Mercaptanen 125; Bestimmung von Wasser 444; Methoxylbestimmungen in Gegenwart mehrwertiger Alkohole 53
Alkoholgruppen, Nachweis 315
Alkydharze, Bestimmung von Phthalsäureanhydrid 450
Alkylschwefelsäuren primärer Alkohole, Bestimmung der Alkalisalze 309
Allobarbital, Identifizierung 457
Allylpropynal, Analyse 457
Allylsenföl, Bestimmung 457
Aludrin, Nachweis 206
Aluminium, Titration 377; Untersuchung durch oscillographische Polarographie 138; Bestimmung mit Styrylkupferron 37; Trennung von Magnesium durch verschiedene Komplexbeständigkeit 172; Trennung von Magnesium mittels Sulfosalicylsäure 145; von Titan unter Verwendung von Sulfosalicylsäure 145; von Eisen unter Verwendung von Sulfosalicylsäure 145; Bestimmung in Leichtmetallen 151; in Aluminium-Eisenlegierungen 435; in Titanlegierungen 396; in legierten Stählen 261; in Kupferschlacken und Gußeisen 398; Einfluß auf die Titanbestimmung 328; auf die Uranbestimmung 102; Bestimmung von Kupfer 393; von Magnesium 155; von Chrom 435; siehe auch Reinstaluminium
Aluminium-Eisenlegierungen, Bestimmung von Aluminium 435
Aluminium-Indicatorelektroden bei potentiometrischen Neutralisationstitrationen 135
Aluminium-Kupfer-Siliciumlegierungen, spektrographische Analyse 361
Aluminiumlegierungen, amperometrische Untersuchung 367; Bestimmung von Magnesium 155, 393; von Zink 139; von Chrom 435
Aluminium-Magnesiumlegierungen, spektrochemische Schnellanalyse 361
Aluminiumoxyd, Bestimmung in Bauxit 249; in Schlacken 441
Aluminium-Siliciumlegierungen, spektralanalytische Schnellanalyse 361
Ambretta-Moschus, polarographische Untersuchung 313
Amine, Nachweis 310; Bestimmung des aktiven Wasserstoffes 203; polarographische Untersuchung der Kondensation mit Carbonylgruppen 137; Bestimmung der Summe von primären, sekundären und tertiären Aminen 311; sympaticuswirksamer Amine in pharmazeutischen Zubereitungen 456; Bestimmung des Tetraphenyloborat-Anions in seinen Salzen 310
Amingemische, Bestimmung aliphatischer Amingemische 311
p-Aminoacetophenon, polarographische Bestimmung 80
Aminoazobenzol, Titration mit Chrom (II)-sulfat 306
p-Aminoazobenzol zur Untersuchung von Steroidsapogeninen 233
p-Aminobenzoesäure, Bestimmung neben Procain oder Anästhesin 206
5-Amino-2,3-dihydro-1,4-phthalazindion zum Nachweis von Nervengasen 76
Aminoguanidin, Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430
Aminosäuren, papierchromatographische Bestimmung 219; mikrobiologische Bestimmung 390; Bestimmung in Hibiscus esculentus L.-Pflanzen 220; in Fischmehl 64
Ammoniak, Bestimmung durch Reaktion mit Bromlösung 267, 268
Ammoniumchlorid, Abtrennung 43
Ammoniumsalze, Bestimmung des Tetraphenyloborat-Anions in Ammoniumsalzen 310
Ammoniumverbindungen, quantitative Bestimmung langkettiger quartärer Ammoniumverbindungen 309

Amperometrie für Fällungstitrationen 367; zu Redoxtitrationen 367; Verwendung in der Metallanalyse 367; in der Arzneimittelanalyse 318
Ampullenflaschen, Prüfung von Gummistopfen auf Beständigkeit 317
Amylacetat zur Extraktion von Eisen (III)-chlorid 403
Anästhesin, Bestimmung 206; Bestimmung von p-Aminobenzoesäure neben Anästhesin 206
Analysator für kontinuierliche polarographische Bestimmungen 137
Analyse, Statistik in der chemischen Analyse 161; Bewertung praktischer Analysen 161; Anwendung der Volumo-Colorimetrie 378; Verwendung von Ionenaustauschermembranen 169; von o-Dithiolen in der qualitativen Analyse 144; Essentials of Quantitative Analysis (Benedetti-Pichler) 359 [L]; Instrumental Analysis (Delahay) 360 [L]; Luminescenzanalyse (Eisenbrand-Dankwortt) 360 [L]; Mises au point de Chimie Analytique (Gautier) 380 [L]; Organische Fällungsmittel in der quantitativen Analyse (Prodinger) 359 [L]; Qualitative Halbmikroanalyse (Alimarin, Archangelskaja) 358 [L]; siehe auch Differentialthermoanalyse, sowie Verdampfungsanalyse
Analytische Chemie, Verwendung von Ionenaustauschermembranen 169; Handbuch (Fresenius-Jander) 358 [L]
Anatas, Bestimmung in Titandioxyd 70
Aneurin, Bestimmung 65, 388
Anionische, oberflächenaktive Substanzen, Analyse im Halbmikromaßstab 450
Anodenschlamm, amperometrische Bestimmung von Tellur 367
Anorganische Ionen, papierchromatographische Trennung und Bestimmung 129
Anorganische Substanzen, Vorprüfung für die Analyse 371; Schnellbestimmung von Kohlenstoff 287
Anthrachinon, Bestimmung in Drogen 320
Anthrachinon-2,7-disulfonsäure, Titration mit Chrom(II)-sulfat 305
Anthrachinonsulfonsäure, Nachweis 315
Anthrachinon-2-sulfonsäure, Titration mit Chrom(II)-sulfat 305
Anthrachinon-β-sulfonsaures Natrium, Reagens auf Lokalanaesthetica 462; Identifizierung 462
Anthron zur Bestimmung von Cellulosederivaten in Mineralöl 449
Antibiotica, polarographische Untersuchung 137, 138; poralographische Bestimmung von Chloramphenicol 80; Nachweis und Bestimmung von Patulin 240
Antimon, amperometrische Bestimmung 367; Bestimmung in Gußmaterialien 398; von Spuren in Blei 396; Einfluß auf die Uranbestimmung 102; Bestimmung von Verunreinigungen in ultrareinem Antimon mit Hilfe von Dithizon 15
Antimon(III), coulometrische Titration mit elektrolytisch erzeugtem Jod 44; oxydimetrische Bestimmung in alkalischer Lösung 374
Antimon(V), Nachweis 144
Antioxydantien, Bestimmung in Ölen und Fetten 383; Bestimmung in Gummiprodukten 451
Apomorphin, Bestimmung 378
Aprikose, mikroskopische Untersuchung 393
Aprobarbital, Identifizierung 457
Arbutin, Nachweis neben Methylarbutin 461; Bestimmung in Bärentraubenblättern 458
Arginin, Nachweis in der Milch 63; Bestimmung in Fischmehl 65
Arsen, amperometrische Bestimmung 367; von organisch und anorganisch gebundenem Arsen 318; Bestimmung in Kupferlegierungen 153; in unlegiertem Stahl 253; in sulfidischen Zinkerzen und Zinkmetall 436; in sol. arsenicalis Fowleri 376
Arsen(III), oxydimetrische Bestimmung 376; in alkalischer Lösung 374
Arsenit, Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Arsen(III)-oxyd, Reaktion mit Bromlösung 268
Arzneimittel, Bestimmung von Bromoform 456; von Äthylcrotylbarbitursäure 458; Chromatographie von Thiaminpräparaten 66
Arzneimittelanalyse, Verwendung der Amperometrie 318
Arzneipflanzen, papierchromatographischer Nachweis von Cholin 80
Ascorbinsäure zur Bestimmung von Eisen(III)-ionen 48; Bestimmung 65
Asparaginsäure, Bestimmung in Fischmehl 65
Aufgabensammlung, stöchiometrische Aufgabensammlung (Bahrdt und Scheer) 121 [L]

Aureomycin, polarographische Bestimmung 138
Ausgewählte moderne Trennverfahren zur Reinigung organischer Stoffe (Röck) 202 [L]
Austauschersäulen, automatisches Absperrventil 132
Azide, Bestimmung kleiner Mengen 78
Azobenzol, zur Untersuchung von Steroidsapogeninen 233
Azobenzol-naphthalinsulfonsäuren, Titration mit Chrom(II)-sulfat 306
Azoxin-Indicatoren in der Chelatometrie 143

Babbitmetall, Bestimmung von Blei 140
Bärentraubenblätter, Bestimmung von Arbutin 458
Bakterien, Mikrobestimmung von Cellulose 226
Bakteriostatica, Trennung der Wirkstoffe an Hydroxycellulose 462
Barbitale, Analyse 457; mikrochemische Identifizierung 457
Barbiturate, Farbreaktion zum Nachweis von Barbituraten, die einen isocyclischen Sechsring enthalten 160; Analyse 457
Barbitursäurederivate, papierchromatographische Bestimmung 52
Barium, Bestimmung 374; Abtrennung an Ionenaustauschern 39; Bestimmung neben Calcium und Strontium 23; polarographische Bestimmung kleiner Mengen in Blei 396; Einfluß auf die Uranbestimmung 102; spektralanalytische Bestimmung der Verunreinigungen 153
Bariumchlorid, Puffersubstanz bei der flammenphotometrischen Bestimmung von Natrium und Kalium 281
Bariumoxalat, Thermogramm einer Mischung mit Strontium und Calciumoxalat 249
Barker-Rechteckwellen-Polarograph, neue Anwendungen 139
Basen, optimale Bedingungen der potentiometrischen Titration 134; Dead stop-Titrationen 368
Basische Gruppen, Bestimmung in Ionenaustauschharzen 133
Baumwoll-Bestäubungsmittel, Bestimmung von DDT und Lindan 77
Bauxit, derivatographische Bestimmung der Zusammensetzung 249
Benzalazin, Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430
Benzaldehyd, oscillographisch-polarographische Analyse 207
Benzalsemicarbazon, Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430
Benzamid, Reaktion mit Bromlösung 268
Benzil, Nachweis 316
Benzin, Bestimmung von Benzol in Benzin mit Hilfe der Nitrierung 312
Benzoesäure, Bestimmung 313; papierchromatographische Bestimmung 52; papierchromatographische Bestimmung und Abtrennung 314
Benzoin, Nachweis 315
Benzoinoxim, Nachweis 315
Benzol, Trennung von Thiophen 125; polarographische Bestimmung in Benzin mit Hilfe von Nitrierung 312; Bestimmung von Wasser 380
Benzolhexachlorid, Unterscheidung von Lindan 77
Benzolsulfinsäure zur Bestimmung von Zirkonium neben Seltenen Erden 290
Benzoylaconin, Abtrennung von Aconitin 208
Benzoylchlorid, Bestimmung 307
Bernsteinsäure, Nachweis 315
Beryllium, Abtrennung an Ionenaustauschern 39; Einfluß auf die Uranbestimmung 102; Bestimmung von Spuren von Zink 67
Beta-Teilchen, Rückstreuung durch die Materie 370; Streuung durch organische Substanzen 370
Betriebskontrolle, automatische Gasanalyse 126
Beugungsröntgenanalyse, Verwendung von monochromatischem Licht 122
Bibliographie der ungarischen chemischen Literatur (Margit) 122 [L]
Bienenwachs, capillaranalytische Untersuchung 123
Bier, Bestimmung von Sauerstoff 464
Biochemical Analysis, Methoden (Glick) 210 [L]
Biochemie der Spurenelemente (Scharrer) 211 [L]
Biologische Extrakte, Bestimmung von verschiedenen Steroiden 230
Biologische Flüssigkeiten, Bestimmung von Calcium 211
Biologische Lösungen, Bestimmung von Sorbinsäure 65
Biologisches Material, Identifizierung und Bestimmung von Ketosäuren 218; Bestimmung von Alkaloiden 238; Nachweis von E 605 464
Biotin, mikrobiologische Bestimmung 390
Bis-cyclohexanon-oxalyl-dihydrazon, Reaktion mit Kupfer 69; bei der Bestimmung von Kupfer 282

3,3'-Bis-N,N-di(carboxylmethyl)-aminomethylthymolsulfophthalein, Indicator in der Chelatometrie 374
Biskuit, Bestimmung von Speisefarben 59
Blausäure, empfindliche Nachweisstifte 126
Blei, Bestimmung 374; potentiometrische Bestimmung 194; amperometrische und potentiometrische Bestimmung 282; Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136; chelatometrische Bestimmung 143; mit Dithizon als Indicator 289; Bestimmung mit Dithizon oder Chromat 288; Bestimmung neben Quecksilber 285; Bestimmung in Lebensmitteln 381; von Spuren in Nahrungsmitteln 381; Bestimmung in Abwässern und Industrieabfällen 149; in Kupferlegierungen 140; in Zinklegierungen 140; in Indiummetall 393; in Gußmaterialien 398; in reinem Zinn 139; in Zinn und Zinnlegierungen 140; in Stahl 140; in gebleitem Stahl 398; in Monazitsand 140; in Opalglas und Flußspat 140; in Gummi 72; in offizinellen Salben 319; Einfluß auf die Titanbestimmung 328; auf die Uranbestimmung 102; Bestimmung kleiner Mengen Barium 396; von Antimonspuren 396
Bleichlorid, Überführung mit Ionenaustauschermembranen 180
Bleischmelzschlacken, Analyse 441
Bleisulfat, Überführung mit Ionenaustauschermembranen 180
Bluetetrazolium, polarographische Untersuchung 141
Blut, nasse Veraschung 52; polarographische Untersuchung 80; Bestimmung des Gesamtphosphors 213; von Sauerstoff 464; von L(+)-Milchsäure 216; von Brenztraubensäure 219; von α-Ketoglutarsäure 219; von Salicylat 225
Blutzucker, enzymatische Bestimmung 226
Boden, Schnellbestimmung von Wasser 445; Bestimmung des austauschbaren Magnesiums 445; von Sauerstoff 464
Bodenauszüge, Bestimmung von Magnesium 463; Bestimmung des Eisens in wäßrigen Bodenauszügen 301
Böhmit, Bestimmung in Bauxit 249
Bolus alba, Bestimmung von Zink 318
Bor, polarographische Bestimmung 136; Trennung durch Ionenaustausch von störenden Ionen 41; Bestimmung von Spuren in Silicium 394; geringer Mengen in Fluoriden 71; in Glas 41
Borneol, Nachweis 315
Borsäure, Bestimmung in Vernickelungsbädern 443
Branntwein, Nachweis von freien und gebundenen Aldehyden 60
Brassica-Arten, Bestimmung von Senfölen in Samenextrakten 457
Brassica juncea, Bestimmung von Senfölen 457
Brassica nigra, Bestimmung von Senföl 457
Brdička-Reaktion bei der polarographischen Eiweißuntersuchung 223
Brenztraubensäure, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 219
Bromacidimetrische Titrationen, Anwendung 142
Bromanil, Nachweis 315
Bromanilsäure zur Calciumbestimmung 284
Bromat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Bromid, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Bromidionen, titrimetrische Bestimmung 198
Bromlösung, alkalische, als volumetrisches Reagens 267, 274
Bromoform, Bestimmung in Arzneimitteln 456
N-Bromsuccinimid als oxydimetrisches Reagens 376
Butadien, gaschromatographische Abtrennung 124; kontinuierliche Bestimmung von Sauerstoff 137
Butane, gaschromatographische Abtrennung 124
Butanol, mikrobiologische Bestimmung 309
n-Butanol, Reaktion mit Bromlösung 268
cis-2-Buten, gaschromatographische Abtrennung 124
Butenylsenföl, Bestimmung 457
Butobarbital, Identifizierung 457
Buttersäurezahl, Bestimmung der Halbmikrobuttersäurezahl 64
Butylbromallylbarbital, Identifizierung 457
i-Butylen, gaschromatographische Abtrennung 124

Cadmium, Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136; Bestimmung 374; polarographische Bestimmung 140; chelatometrische Bestimmung 143; Bestimmung neben Quecksilber 285;

Bestimmung in Abwässern und Industrieabfällen 149; polarographische Bestimmung in Lagermetallen 139; Bestimmung in Indiummetall 393; Einfluß auf die Titanbestimmung 328; auf die Arsenbestimmung in Zinkerzen und -metall 436; auf die Uranbestimmung 102; Spurenbestimmung von Zink 67
Calcein als Indicator 375; Indicator bei der komplexometrischen Bestimmung von Calcium 285
Calcit, Bestimmung in Bauxit 249
Calcium, Bestimmung 374; polarographische Bestimmung mit Bromanilsäure 284; Titration mit Äthylendiamintetraessigsäure 376; komplexometrische Bestimmung mit Calcein als Indicator 285; Bestimmung neben Strontium und Barium 23; Bestimmung durch Verdünnungsanalyse in Gemischen mit Strontium 39; Abtrennung an Ionenaustauschern 39; Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 211; flammenphotometrische Bestimmung in Plasma und Urin 212; Verwendung der Plasmadialyse zur Bestimmung der diffundierbaren Calciumfraktion 212; Einfluß auf die Titanbestimmung 328; auf die Uranbestimmung 102
Calciumcarbonat, Überführung mit Ionenaustauschermembranen 180
Calciumoxalat, Thermogramm einer Mischung mit Barium- und Strontiumoxalat 249
Calciumoxyd, Bestimmung in Eisenerzen 440; in verschiedenen Schlacken 441
Calcium-D-pantothenat, mikrobiologische Bestimmung 390
Calciumphosphat, Überführung mit Ionenaustauschermembranen 180
Calciumsulfat, Überführung mit Ionenaustauschermembranen 180
Capillaranalyse, thermische Capillaranalyse 122
Capillarelektrode, horizontale Capillarelektrode in der Polarographie 136
ε-Caprolactam, Bestimmung in Nylon 675
Capronsäure, Abtrennung 311
Carbide, Schnellbestimmung in Eisenlegierungen 69; Bestimmung von Zirkonium 292
Carbonat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Carbonsäuren, gaschromatographische Trennung 363; Trennung von Kohlenwasserstoffen 452
Carboxylendgruppen, Bestimmung in Polyestern 74
Carboxylgehalt, Bestimmung in Cellulosen 449
Carboxylgruppen, Bestimmung 306
Carotin, Bestimmung 65
Cellulose, Bestimmung der Methylenblauzahl in hochcarboxylierter, regenerierter Cellulose 449; Mikrobestimmung in Bakterien 226
Celluloseacetate, Bestimmung des Acetylgehaltes 73
Cellulosederivate, Bestimmung in Mineralöl 449
Cellulose-Ionenaustauscher für die Chromatographie 132
Cer, Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Cer(IV), elektrometrischer Endpunkt bei den argentometrischen Bestimmungen 287
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von Brenztraubensäure 219; von α-Ketoglutarsäure 219
Ceriterden, Abtrennung von Lanthan 426
Chelatometrie, Anwendung 143; Titrationen bei höheren Konzentrationen 368; neue Metallindicatoren 374; Naphtholviolett als Indicator 375; mit Azoxin-Indicatoren 143
Chelidonium majus, Nachweis von Cholin 80
Chemical and Spectrographic Analysis of Magnesium and its Alloys (Mayer-Price) 148 [L]
Chemie, Taschenbuch (Perelman und Nekrassow) 121 [L]; Experimentelle Einführung (von Antropoff) 122 [L]
Chemische und biologische Laboratorien Planung, Bau und Einrichtung (Schramm) 462 [L]
Chinolacetate, Anomalien bei der Bestimmung des aktiven Wasserstoffs 302
Chinolin, Nachweis und Bestimmung in Gegenwart von Isochinolin 57
Chinolinammoniummolybdat zur Bestimmung von Phosphor und Arsen in unlegierten Stählen 253
p-Chinon, Titration mit Chrom(II)-sulfat 305
Chlor, Bestimmung im Industrielaboratorium 305; Bestimmung in organischen Polymeren 377
Chloramphenicol, polarographische Bestimmung 80
Chloranil, Nachweis 315

Chlorat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Chlorcyan, empfindliche Nachweisstifte 126
Chlorid, Mikrobestimmung 335; Bestimmung in pflanzlichen und tierischen Substanzen 214; amperometrische Bestimmung in Arzneimitteln 318; Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Chlorkohlenwasserstoffe, gaschromatographische Trennung 363
Chlorkresol, Bestimmung 319
O-Chlorobenzalsemicarbazon, Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430
Chloromycetin, Nachweis 315; polarographische Bestimmung 138
Chlorophyll, Standardbestimmung 453
Chlorpikrin, Bestimmung in Wasser 150
Cholesterin, Nachweis 315; Bestimmung 378
Cholin, papierchromatographischer Nachweis in Arzneipflanzen 80
Cholsäure, Nachweis 315
Chrom, Trennung von Eisen(III) 296; Trennung der Amminkomplexe von Kobalt und Nickel 298; Bestimmung in Abwässern und Industrieabfällen 149; in Metallen 153; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 435; in Titanlegierungen 396; im Stahl 151; in Spezialstählen 398; in Permalloy 139; in verschiedenen Chromerzen 440; in einer Metallbeizlösung 443; Einfluß auf die Titanbestimmung 328; Störung bei der Vanadiumbestimmung 49; Einfluß auf die Uranbestimmung 102; Bestimmung von Sauerstoff 397
Chromat zur Bestimmung von Blei 288; Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136; Bestimmung in Abwässern 149
Chromatographie, Einstellen der Aktivität von Adsorbentien 362; Cellulose-Ionenaustauscher für die Chromatographie 132; Anordnung zur Ausführung rascher Trennungen 362; „reversed-phase"-Chromatographie bei der Trennung von Fettsäuren und bei der Esterfraktionierung 54; siehe auch Gaschromatographie, sowie Papierchromatographie und Säulenchromatographie
Chromatopolarographie in der Polarographie 136
Chromerze, Bestimmung von Chrom 440
Chrommagnesit, Bestimmung von Chrom 440
Chromotropsäure zum Tüpfelnachweis von Nitraten 44
Chrom(II)-sulfat zur Titration organischer Verbindungen 305
Chrom(III)-sulfatkomplexe, Bildung 295
Chronopotentiometrie in der Polarographie 136
Cinchonin, Nachweis 315
Citral, polarographische Bestimmung 80
Citrat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Citrusfrüchte, quantitative Bestimmung von Diphenyl 391
Citrusöle, Bestimmung von Cumarinverbindungen 460
Cobalamin, Bestimmung 65
Cocain, Reinheitsprüfung 207
Cocainsalze, Reinheitsprüfung 207
Codein, Nachweis 315
Cola acuminata, Nachweis von Cholin 80
Colorimetric Analysis (Allport-Keyser) 211 [L]
Combretum micranthum, Nachweis von Cholin 80
Cortex cinnamomi, Bestimmung von Zimtaldehyd 459
Corticoidsteroide, Identifizierung von Adrenocorticoidsteroiden 232
Corticosteron, Bestimmung in biologischen Extrakten 230
Cortisol, Bestimmung in biologischen Extrakten 230
Cotarnin-Narcotin-Gemische, polarographische Analyse 207
Coulometrie, Stromquelle mit Stromintegration für automatische coulometrische Titrationen 366; Titrationen mit Dichromat 135
Creme, Bestimmung von Speisefarben 59
p-Cumarinsäure, Trennung von Methylester 453
Cumarinverbindungen, Analyse in Citrusölen 460
Cuminum Cyminum, Nachweis von Cholin 80
Cyanid, Analyse von mit ^{14}C markiertem Cyanid 42; Bestimmung in alkalischer Lösung 374
Cyanide, colorimetrische Bestimmung 287
Cyanoferrat(II), cerimetrische Bestimmung unter Verwendung von Kupferphthalocyanintetrasulfonsäure als Indicator 109
Cyanoferrat(III), potentiometrische Bestimmung 301
Cyanwasserstoff, kontinuierliche polarographische Bestimmung 137

Cyclobarbital, Identifizierung 457
Cycloheptanylbarbital, Identifizierung 457
Cyclohexan-1,2-diaminotetraessigsäure, Untersuchung des Komplexes mit Eisen 301
Cyclohexanol, Nachweis 315
Cystin, Bestimmung in Fischmehl 65

DDT, Bestimmung in Baumwoll-Bestäubungsmitteln 77; Bestimmung in Insecticiden 78
Dead stop-Methode zur Acidimetrie 368
Dehydroascorbinsäure, Bestimmung in Hagebuttenkonzentrat 388
Derivatograph, Verwendung 241, 321
11-Desmethoxyreserpin, fluorimetrische Bestimmung 208
Diacetyl, Nachweis 316
Diacetyldithiol, Verwendung in der qualitativen Analyse 145
N,O-Diacetylsialinsäure, Bestimmung 58
Diacetyltoluol-3,4-dithiol, in der qualitativen Analyse 145
Diäthyldiäthylpyrophosphat, Bestimmung 307
Diäthylenglykol, Bestimmung von Wasser 380
Diäthylsulfid, gaschromatographische Abtrennung 125
p,p′-Diaminodiphenylsulfon-N,N′-didextrose-Natriumsulfat, Identifizierung 320
Diazoniumsalze, Nachweis in der Milch 63
Dibenzoyldithiol, zum Nachweis von Palladium(II) 145
Dibenzoyltoluol-3,4-dithiol, in der qualitativen Analyse 145
Diboran, gaschromatographische Abtrennung 363
2,2′-Dichinolyl, zu Bestimmung von Kupfer 393
Dichloracetaldehyd, Bestimmung in Gegenwart von Trichloracetaldehyd 10
α-Dichloracetamino-p-nitropropiophenon, polarographische Bestimmung 80
2,6-Dichlorchinon-chlorimid, zur Bestimmung von Vitamin B_6 233
Dichromat, coulometrische Titrationen mit Dichromat 135; Titration mit elektrolytisch erzeugtem Eisen(II) 366
Differential-Polarimetrie zur Bestimmung von Metallen 372
Differentialthermoanalyse mit dem Derivatographen 241; Anwendung bei der Kohlenuntersuchung 448
Digitalis lutea, Nachweis von Cholin 80
Digitalis Thapsi, Nachweis von Cholin 80
Dihydrazinophthalazin zur Bestimmung von Eisen(III) und Vanadium 49
Dihydropentaboran, gaschromatographische Abtrennung 363
NN′-Dihydroxyäthyl-äthylendiamindiessigsäure, Untersuchung des Komplexes mit Eisen 301
1,8-Dihydroxy-3,6-naphthalindisulfonsäure zum Tüpfelnachweis von Nitraten 44
Diisopropylphosphorfluoridat, Bestimmung 307
1,2-Diketone, Nachweis 315
Dilitursäure, Reagens auf Anaesthetica 462
N-(4,4′-Dimethoxybenzohydriliden)-benzylamin, Reagens auf Schwefel 45
2,2′-p-(Di-o-methoxy)-diphenylen-3,3′,5,5′-tetraphenylditetrazoliumchlorid, polarographische Untersuchung 141
2,4-Dimethyl-5-carbäthoxypyrrol, Charakterisierung 234
2,4-Dimethyl-5-carbäthoxypyrrol-3-acrylsäure, Charakterisierung 234
2,4-Dimethyl-carbäthoxypyrrolcarbonsäure, Charakterisierung 234
2,4-Dimethyl-5-carbäthoxypyrrol-3-propionsäure, Charakterisierung 234
Dimethyldisulfid, gaschromatographische Abtrennung 125
Dimethylsulfid, gaschromatographische Abtrennung 125
N,N′-Di-2-naphthyl-p-phenylendiamin, Bestimmung in Gummiprodukten 451
Dinatriumdiphosphat, Infrarotspektrum 82, 83
Dinatrium-1-hydroxy-4-chloro-2,2-diazobenzol-1,8-dihydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure zum Nachweis von Calcium in biologischem Material 211
3,5-Dinitrobenzoesäureester zur Trennung aliphatischer Alkohole von C_1 bis C_{12} 52
Dinitroderivat des Triorthokresylphosphats, Bestimmung 312
m-Dinitrophenol, Titration mit Chrom(II)-sulfat 306
Diosgenin, Farbreaktion 233
Diosgenon, Farbreaktion 233
Diphenyl, quantitative Bestimmung in Citrusfrüchten 391
2,2′-p-Diphenylen-3,3′,5,5′-tetraphenylditetrazoliumchlorid, polarographische Untersuchung 141
N,N′-Diphenyl-p-phenylendiamin, Bestimmung in Gummiprodukten 451
Diphosphorsäure, Infrarotspektrum 82

2,2′-Dipyridyl zum Nachweis von Eisen an Ionenaustauschern 48
α,α′-Dipyridyl zur Bestimmung des Phytinphosphors 453
Distearine, Abtrennung in Mineralölen 448
Distickstofftetroxyd, Bestimmung 43
Disulfidgruppen, Bestimmung 54
Ditetrazolium-Salze, polarographische Untersuchungen 141
o-Dithiole, Verwendung in der qualitativen Analyse 144
Dithionit, polarographische Untersuchung 45; Bestimmung neben Thiosulfat und Sulfit 45
Dithionite, Analytik und Chemie 295
Dithizon zur Bestimmung von Blei 288, 289
Dodecylgallat, Bestimmung in Ölen und Fetten 383
Doppelbindungen, coulometrische Bestimmung 306
Drogen, polarographische Untersuchung 79; Nachweis von Thujon 60; Bestimmung von Anthrachinon 320
Drogenauszüge, Nachweis von Thujon 60
Düngemittel, Bestimmung der Phosphorsäure 443

E 605, chemisch-toxikologischer Nachweis 78; Nachweis in biologischem Material 464
Effortil, Nachweis 206
Eierteigwaren, Bestimmung des Eigehaltes 387
Eigehalt, Bestimmung in Eierteigwaren 387
Eisen, Probenahme zur Untersuchung auf Gase 398; Nachweis äußerst geringer Mengen 48; Titration 377; coulometrische Titration mit Dichromat 136; spektrophotometrische Untersuchung verschiedener Chelate 301; Bestimmung mit Styrylkupferron 36; Trennung von Titan mittels Sulfosalicylsäure 145; Bestimmung in Abwässern und Industrieabfällen 149; in Silicomanganen 155; in Titanlegierungen 396; in einer Metallbeizlösung 443; Einfluß auf die Titanbestimmung 327; auf die Uranbestimmung 102; Bestimmung von Kupfer 69; von Kupfer neben viel Eisen 39; von Spuren Zink 67; von Kohlenstoff in den nichtmetallischen Anteilen 159
Eisen(II), Nachweis 144; cerimetrische Bestimmung unter Verwendung von Kupferphthalocyanintetrasulfonsäure als Indicator 109; Bestimmung mit Violursäure 300
Eisen(III), spektralphotometrische Bestimmung 49; chelatometrische Bestimmung 143; Trennung von Chrom 296; Störung bei der Vanadiumbestimmung 49
Eisen-Aluminiumlegierungen, Bestimmung von Aluminium 435
Eisenchlorid, Extraktion mit Methylisobutylketon und Amylacetat 403
Eisenerze, Bestimmung von Calcium- und Magnesiumoxyd 440
Eisen(III)-ionen, Bestimmung mit Ascorbinsäure 48
Eisen(III)-komplexe der Salicylsäure oder Sulfosalicylsäure zur Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 280
Eisenlegierungen, Bestimmung von Kupfer 69; Schnellbestimmung von Carbiden 69; Bestimmung von Zirkonium 292
Eiweiß, polarographische Untersuchung von pathologischem Eiweiß und Auswertung mit der Brdička-Reaktion 223
Eiweißreaktion, Erfahrungen mit der polarographischen Eiweißreaktion 222
Elastonon, Nachweis 206
Elektroden, Aluminium-Indicatorelektroden 135; für kontinuierliche polarographische Bestimmungen 137; strömende Quecksilberelektrode in der oscillographischen Polarographie 138; horizontale Capillarelektrode in der Polarographie 136; strömende Quecksilberelektrode in der Polarographie 136; Platinstiftelektroden in der Polarographie 136; Zwillings-Capillarelektroden in der Polarographie 136
Elektronenröhren-Kathodennickellegierungen, spektrochemische Analyse 332
Elektrophorese, Elution von Substanzen aus Pherogrammen und Übertragung auf andere Papiere 364
Elementaranalyse, Mikrobestimmung von aktivem Wasserstoff 203; Anomalien bei der Bestimmung des aktiven Wasserstoffes in Chinolacetaten 302; Bestimmung kleiner Mengen von Kohlenstoff in anorganischen und organischen Stoffen 287; von C, H und N in organischen Verbindungen aus einer Einwaage 303; Säurebedarf beim Kjeldahl-Aufschluß zur Stickstoffbestimmung 203; Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl in aromatischen Nitroverbindungen 304; Bestimmung von Stickstoff nach Dumas in Mengen von 1—10 mg 303;

Bestimmung von Sauerstoff nach Unterzaucher 304; von Schwefel in organischen Verbindungen 204; Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen 304; Fehlerquellen bei der Bestimmung von Schwefel durch Verbrennung 305; Mikrobestimmung von Halogenen 204; Bestimmung von Chlor 305; von Jod neben anderen Halogenen in organischen Verbindungen 205
Eluatvolumina, Messen bei der Säulenchromatographie 131
Enzymatische Reaktionen, Bestimmung des gebildeten Kohlendioxyds 306
Ephedra-Arten, Nachweis von Cholin 80
Ephedrin, Nachweis 206
Ephedrinhydrochlorid, Nachweis 315; Bestimmung 455
12-Epirockogenin, Farbreaktion 233
Erdalkalien, Untersuchung durch oscillographische Polarographie 138; Trennung an Ionenaustauschern 39
Erythroxylon Coca, Nachweis von Cholin 80
Erze, Bestimmung von Silber 277; kleiner Mengen Zinn 437; von Thorium 438; von Thorium in zirkoniumhaltigen Erzen 439; kleiner Mengen Uran 440
Eschynit, Bestimmung von Thorium 438
Essentials of Quantitative Analysis (Benedetti-Pichler) 359 [L]
Essig, Bestimmung von Sauerstoff 464
Essigsäure, Bestimmung kleiner Mengen Wasser 444
Essigsäureanhydrid, Bestimmung 307
Ester, gaschromatographische Trennung 363; Trennung von Kohlenwasserstoffen 452; Nachweis von Hydroxysäuren neben ihren Estern 452
Esterfraktionierung bei der Trennung höherer gesättigter normaler Fettsäuren 54
Euxenit, Bestimmung von Thorium 438
Evipan, Nachweis 160
Experimentelle Einführung in die Chemie (von Antropoff) 122 [L]
Extrakte, polarographische Untersuchung 79
Extraktionsapparat für verschiedene Verwendungsarten 379

Fällungstitrationen in der Amperometrie 367
Farbstoffe, Bestimmung in Nahrungsmitteln 59; Trennung der für die Lebensmittelfärbung zugelassenen Farbstoffe 390; Bestimmung von Quecksilber in synthetischen Lebensmittelfarben 382
Faser, quantitative Bestimmung der Küpenfarbstoffe 79
Fehlerquellen in der Gaschromatographie 123
Ferrotantalniob, Abtrennung von Niob, Tantal und Titan 21
Ferrovanadin, Bestimmung von Vanadium 400
Feste Substanzen, Bestimmung der Feuchtigkeit 379
Fett, gravimetrische Bestimmung in Milch 386; Bestimmung von Antioxydantien 383; siehe auch Kuhmilchfett, sowie Milchfett
Fettextraktion im Halbmikromaßstab 147
Fettsäuren, rundpapierchromatographische Trennung 311; Trennung von Methylestern mit C-Zahlen von 12—26 124; Analyse von Gemischen höherer gesättigter normaler Fettsäuren 54
Feuchtigkeit, Bestimmung in festen Substanzen 379; in Bauxit 249; in Stärke 386; in Nylon 6 75
Fibrinogen, Bestimmung in Serum und Plasma 223
Fischer-Reagens zur Bestimmung kleiner Wassermengen 380
Fischer-Titrationen, automatische Durchführung 377
Fischmehl, Bestimmung der Aminosäuren 64
Flammenphotometrie, Praktikumsversuch für Studenten 361
Flaviansäure, Reagens auf Anaesthetica 462
Flavone, Unterschiede von Flavonglucosiden 433
Flavongebiet, analytische Untersuchungen 433
Flavonglucoside, Unterscheidung von Flavonen 433
Flavonole, Farbreaktion 314
Flüssigkeiten, Untersuchung durch gewichtsanalytische Destillation mit dem Derivatographen 321; Bestimmung des gelösten Sauerstoffes 434
Fluor, Mikrobestimmung durch indirekte Alkalimetrie 298; Bestimmung in Opalglas 369; in organischen Substanzen 205; Einfluß auf die Titanbestimmung 328
Fluoresceinkomplexon, Indicator bei der komplexometrischen Calciumbestimmung 285
Fluorid, Bestimmung geringer Mengen 299; polarographische Bestimmung

136; Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Fluoride, Bestimmung in Pflanzengewebe, Luft und Wasser 446; Bestimmung kleiner Mengen Bor 71
Flußsäure, Bestimmung in einer Metallbeizlösung 443
Flußsäure-Salpetersäure-Metallbeizlösungen, Bestimmung verschiedener Bestandteile 443
Flußspat, Bestimmung von Blei 140
Folsäure, Bestimmung 65; mikrobiologische Bestimmung 390
Formaldehyd, Titration 378; Untersuchung durch oscillographische Polarographie 138
Formalin zur Konservierung von Milch 63
Fraktionsschneider nach dem Heberprinzip 131
Früchte, Bestimmung von Vitaminen 65
„Fugu"-Gift, Isolierung und analytische Eigenschaften 239
Fungicide, Nachweis- und Bestimmungsverfahren 77
Furoin, Nachweis 315

D-Galaktodiphenylformazan, polarographische Untersuchung 141
Gallium, polarographische Bestimmung 286; in ammoniakalkalischem Medium 286
Gallium(III), Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136
Gallussäure, Bestimmung 452
Gase, Probenahme zur Untersuchung von Eisen und Stahl auf Gase 398; Spurenbestimmung schädlicher Gase in der Luft 138; polarographische Bestimmung schädlicher Gase in Laboratorien 138; Bestimmung von Sauerstoff 464; Analyse der bei der Chlorierung von Oxyden und anderen Verbindungen entweichenden Gase 127
Gasadsorptionschromatographie, Prinzipien und Methoden 363
Gasanalyse, halbautomatische Apparatur 125; automatische Gasanalyse in der Betriebskontrolle 126
Gaschromatographie, Überblick 123; Anwendung 363; Prinzipien und Methoden 363; quantitative Methoden und Fehlerquellen 123; Thermochromatographie in der Gasphase 364; mathematische Beziehungen und elektrische Verhältnisse bei telegraphischer Übermittlung 123; vielseitiges und anpassungsfähiges Gerät 125
Gasphase, Thermochromatographie 364
Gasproben, Apparatur zur Entnahme bei niedrigen Drucken 126
Gasverteilungschromatographie, Prinzipien und Methoden 363
Gemüse, Bestimmung von Vitaminen 65
Genußmittel, mikroskopische Untersuchung (Gassner) 380 [L]
Getreidesirup, Auftrennung des Zuckergemisches 385
Gewebe, Bestimmung kleiner Mengen von Schwefel-35 214; von Insulin in tierischem Gewebe 226; von Adrenalin und Noradrenalin 225
Gewürze, mikroskopischer Nachweis in Lebensmitteln 392; Bestimmung von Äthylenoxyd 66
Gift, Isolierung und analytische Eigenschaften des „Fugu"-Giftes 239
Girard-Reagens, polarographische Untersuchung der Reaktion mit Carbonylgruppen 137
Gitterspektrometer im Stahlwerksbetrieb 151; Anwendung in der Metallanalyse 153
Glas, flammenphotometrische Bestimmung von Alkali 281; Bestimmung von Bor 41
Glasoberflächen, Bestimmung von Natrium 369
Glasproportionalzähler zur Bestimmung von Tritium 280
Glucose, Reaktion mit Bromlösung 268; Abtrennung aus Getreidesirup 385
Glucosulfonum, Identifizierung 320
Glühverlust, Bestimmung in Bauxit 249
Glutaminsäure, Thermomikromethoden zum Nachweis 221; Bestimmung in Fischmehl 65
Glutathion, Bestimmung 378
Glycerinphthalsäure-Ölfarben, Bestimmung von Phthalsäureanhydrid 450
Glycin, Bestimmung in Fischmehl 65
Glycinlösungen, polarographisches Verhalten verschiedener Metallionen 136
N-Glykolylsialinsäure, Bestimmung 58
Gold, UV-spektrophotometrische Bestimmung als $AuCl_4$ und $AuBr_4$ 283
Gräser, Bestimmung von Metallen in der Asche 446
Grieß, Nachweis von Weichweizenmehl 62
Guanin, Bestimmung und Abtrennung 58
Gummi, Halbmikrobestimmung von Blei 72; Bestimmung von freiem Schwefel nach der Sulfitmethode 450
Gummiprodukte, Bestimmung von Antioxydantien 451

Gummistopfen, Prüfung auf Beständigkeit gegen wäßrige Lösungen 317
Gußeisen, Überblick über die Analysenmethoden 398; Überblick über die wichtigsten Fortschritte bei der Analyse 398; Bestimmung verschiedener Elemente 398;von Magnesium 158
Gußmaterialien, Überblick über die wichtigsten Fortschritte bei der Analyse 398

Hafnium, komplexometrische Bestimmung 290
Hagebuttenkonzentrat, Bestimmung von Dehydroascorbinsänre 388
Halbmikroanalyse (Alimarin, Archangelskaja) 358 [L]
Halbmikrobuttersäurezahl, Bestimmung 64
Halogene, Mikrobestimmung 204; Bestimmung von Jod in organischen Verbindungen, die auch andere Halogene enthalten 205
Halogenieren, polarographische Untersuchung des Vorganges 137
Harn, nasse Veraschung 52; polarographische Untersuchung 80; Bestimmung von Brenztraubensäure 219; von Oxalsäure 217; von α-Ketoglutarsäure 219; von Pyridoxin 233; von Indican 238; von aromatischen Nitroverbindungen 312; der Mucoproteide 224; von Vitamin B_6 233; siehe auch Urin
Harnindican, Bestimmung 238
Harnsäure, Bestimmung 378; cerimetrische Bestimmung 235
Harnsteroide, Analyse binärer Mischungen 231
Harnstoff, Reaktion und Bestimmung mit Bromlösung 267, 268
Harnstoffeinschlußverbindungen zur Trennung von Paraffinen und Isoparaffinen 452
Hecogenin, Farbreaktion 233
Heptobarbital, Identifizierung 457
Hevesy-Paneth-Analyse, Anwendung 368
Hexachlorcyclohexan, polarographische Bestimmung 136
Hexacyanokobalt(III)-säure, potentiometrische Titrationskurve mit Hexamminkobalt(III)-hydroxyd bzw. Triäthylendiaminkobalt(III)-hydroxyd 49
Hexamminkobalt(III)-chlorid zur Bestimmung von kondensierten und anderen Phosphaten 293
Hexamminkobalt(III)-hydroxyd, Titrationskurve mit Hexacyanokobalt(III)-säure 49
Hexobarbital, Identifizierung und Analyse 457
Hibiscus esculentus L.-Pflanzen, Bestimmung von Aminosäuren 220
Histaminase, mikrovolumetrische Bestimmung 235
Histidin, Bestimmung in Fischmehl 65
Hochfrequenztitrationen bei höheren Konzentrationen 368; verbessertes Gerät 134
Hochspannungselektrophorese, Apparatur 366
Houttuynia cordata, Bestimmung von verschiedenen Metallen in der Asche 446
Hydantoine, Farbreaktion zum Nachweis von Hydantoinen, die einen isocyclischen Sechsring enthalten 160
Hydrargillit, Bestimmung in Bauxit 249
Hydrastin-Hydrastinin-Gemische, Analyse 207
Hydrastinin-Hydrastin-Gemische, Analyse 207
Hydrazin, polarographisches Verhalten 43; Abtrennung 43; Bestimmung organischer Derivate 429
Hydrazinophthalazin zur Bestimmung von Eisen(III) und Vanadium 49
Hydrogencarbonat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Hydrogensulfit zum Nachweis von Aldehyden in Branntwein 60
Hydrohämatit, Bestimmung in Bauxit 249
o-Hydroxybenzalsemicarbazon, Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430
p-Hydroxybenzoesäure, papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 314
Hydroxycarbonsäureamide, papierchromatographische Abtrennung 312
Hydroxycarbonsäuren, papierchromatographische Abtrennung 312
Hydroxycellulose zur Trennung der Wirkstoffe von Bacteriostatica 462
8-Hydroxychinolin zur Bestimmung von Zinn in Erzen 437; bei der polarographischen Bestimmung von Thorium 292
Hydroxylamin, polarographisches Verhalten 43; vanadametrische Bestimmung 117; Abtrennung 43
7-Hydroxyphenoxazon-(2) zur Zinnbestimmung 288
Hydroxyprogesterone, Anwendung des Jod-Kaliumjodid-Farbtestes 228

Hydroxyprolin, Nachweis in der Milch 63
Hydroxysäuren, Nachweis aromatischer Hydroxysäuren neben Estern und Phenolen 452
Hypoxanthin, Bestimmung und Abtrennung 58

Ilmenit, Analyse 439
Indican, Bestimmung im Harn 238
Indicatoren, Aluminiumindicatorelektroden bei potentiometrischen Neutralisationstitrationen 135; Phthalocyanine als Oxydations-Reduktions-Indicatoren 109
Indium, Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136; Bestimmung von Tl, Cu, Pb und Cd 394
Indol, Charakterisierung 234
Industrieabfälle, Bestimmung verschiedener Metalle 149
Industrielaboratorium, Bestimmung von Chlor in organischen Verbindungen 305
Industrieprodukte, Bestimmung von Tannin und Phenolen 378
Infrarotspektroskopische Messung der Reaktionspartner bei Reaktionen bei hohen Temperaturen 146
Infusionsflaschen, Prüfung der Gummistopfen auf Beständigkeit 317
Initialzündgemische, Bestimmung kleiner Mengen von Aziden 78
Injektionslösungen, Trennung der Wirkstoffe von Bacteriostatica an Oxycellulose 462; Bestimmung von Vitaminen 65
Inosit, mikrobiologische Bestimmung 390
Inositphosphorsäureester, Identifizierung einzelner Ester 386
Insecticide, Nachweisverfahren 77; der Thiophosphorsäure, chemisch-toxikologischer Nachweis 78; Untersuchung auf chlorierte Kohlenwasserstoffe 78
Instrumental Analysis (Delahay) 360 [L]
XV. Internationaler Kongreß für reine und angewandte Chemie, Lissabon, 8.—16. IX. 1956 121 [L]
Inulin, Bestimmung in tierischem Gewebe 226
Ionenaustausch, focussierender Ionenaustausch 133
Ionenaustauscher, Cellulose-Ionenaustauscher für die Chromatographie 132; Bestimmung der basischen Gruppen 133; Nachweis von äußerst geringen Mengen Fe 48; Co 49; Ni 50
Ionenaustauschermembranen in der präparativen und analytischen Chemie 169
Ion-Exchangers. Recent Developments in Theory and Application (Osborn) 360 [L]
Ionophorese, Anordnung zur Ausführung rascher Trennungen 362
Iridium, Nachweis 145; röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung 302
Isoamyläthylbarbital, Identifizierung 457
Isobutylallylbarbital, Identifizierung 457
Isochinolin, Nachweis und Bestimmung neben Chinolin 57
Isocyanat, Bestimmung in Polymerisaten auf Urethanbasis 74
Isoleucin, Bestimmung in Fischmehl 65
Isomaltose, Abtrennung aus Getreidesirup 385
Isomaltotriose, Abtrennung aus Getreidesirup 385
Isomere, polarographische Unterscheidung 138; polarographische Bestimmung organischer Isomere 138
Isonicotinsäurehydrazid, oxydimetrische Bestimmung 376
Isonicotinylhydrazid, Bestimmung 376
5-Isonitrosobarbitursäure, Bestimmung von Eisen(II) 300
Isopentan, gaschromatographische Abtrennung 125
Isopropanol, Reaktion und Bestimmung mit Bromlösung 268, 274
Isopropyl-methylphosphonofluoridat, Bestimmung 308
Isovanillin, polarographische Reduktion 313

Jam, Bestimmung von Speisefarben 59
Jauche, nasse Veraschung 52
Jod zur coulometrischen Titration von Antimon 44; röntgenabsorptiometrische Mikrobestimmung 285; oxydimetrische Bestimmung 376; Bestimmung in organischen Verbindungen, die auch andere Halogene enthalten 205; Bestimmung des eiweißgebundenen Jods im Serum 215
Jodat, Bestimmung neben Perjodat 401; Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Jodhaltige Verbindungen, papierchromatographische Bestimmung 129
Jodid, Bestimmung mit Wismut-2-mercaptothiazolin 47; Nachweis in verschiedenen Produkten 47; Einfluß auf die Uranbestimmung 103

Jodlösungen, Haltbarkeit wäßriger Jodlösungen 376
Jodzahl, Untersuchungen über Bestimmungsmethoden 384, 385
Johannisbeere, mikroskopische Untersuchung der schwarzen und roten Johannisbeere 393
Jonone, polarographische Bestimmung 80

Kakaoerzeugnisse, Bestimmung der Schalen 392
Kalk, Bestimmung 259
Kalium, Nachweis mit Natriumtetraphenyloborat 281; flammenphotometrische Bestimmung mit Bariumchlorid als Puffersubstanz 281; komplexometrische Bestimmung 1; Bestimmung durch direkte Titration 368; maßanalytische Bestimmung nach Fällung als Kaliumtetraphenyloborat 282; flammenphotometrische Bestimmung in Natriumsalzen 442; Bestimmung kleinster Mengen in Natriumsalzen 71; Bestimmung in pflanzlichem Material 445; im Serum 463
Kaliumchlorid, Untersuchung von Strahlungsquellen, die dem KCl vergleichbar sind 370
Kaliumchloridlösung zur Titration von 0,1 n Silbernitrat 368
Kaliumcyanoferrat(II), Reaktion mit Bromlösung 268
Kaliumhydrogenphthalat, Titration 135
Kaliumrhodanid, Reaktion mit Bromlösung 268
Kaliumtetraphenyloborat bei der maßanalytischen Bestimmung von Kalium 282; Regeneration 378
Kaliumxanthogenate zur Trennung von C_1 bis C_5-Alkoholen 308
Kalypnon, Analytik 160; Bestimmung in Gemischen und Arzneimitteln 458
Kalypnon-Natrium, Bestimmung 458
Kammogenin, Farbreaktion 233
Kaolinit, Bestimmung in Bauxit 249
Karl Fischer-Titrationen, automatische Durchführung 377
Kathodennickellegierungen für Elektronenröhren, spektrochemische Analyse 332
Kathodenstrahloscillograph in der Polarographie mit Wechselstrom 138
Kationen, klassischer Analysengang 371; polarographische Bestimmung 138
Kationenaustauscher zur Bestimmung von Alkalimetallen 1
Kautschuk, Infrarotspektroskopie von synthetischem „Natur"-Kautschuk 73
Kernphysikalische Methoden zur chemischen Analyse von Oberflächen 369
Kesselspeisewasser, polarographische Bestimmung von Sauerstoff in Kesselspeisewasser 137
α-Ketoglutarsäure, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 219
Ketone, Bestimmung 378; gaschromatographische Trennung 363
Keton-Moschus, polarographische Untersuchung 313
Ketosäuren, Identifizierung und quantitative Bestimmung 218
Ketosteroide, oscillographisch-polarographische Analyse 207
Δ^4-3-Ketosteroide, Analyse auf Papierchromatogrammen 231
Kieselsäure, colorimetrische Bestimmung 287, 288; Bestimmung in Bauxit 249; in verschiedenen Schlacken 422
Klinik, moderne Methoden (Büchner-Gabsch) 209 [L]
Knochenasche, Bestimmung von Strontium-90 39
Kobalt, polarographisches Verhalten in Glycinlösungen 136; Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136; Nachweis 144; Nachweis äußerst kleiner Mengen mit Nitroso-R-Salz 49; Bestimmung 374; chelatometrische Bestimmung 143; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 129; Trennung der Amminkomplexe von Chrom und Nickel 296; Bestimmung in Spezialstählen 398; Einfluß auf die Titanbestimmung 328; Störung bei der Vanadiumbestimmung 49; Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Kobaltammin-komplexverbindungen, Elektrodialyse 182
Kobaltkomplex-verbindungen, Darstellung mit Ionenaustauschermembranen 181
Kobaltnitrit-reagens zur Bestimmung von Kalium im Serum 463
Kohlendioxyd, gaschromatographische Abtrennung 124; Bestimmung in Bauxit 249; Bestimmung des gebildeten CO_2 bei enzymatischen Reaktionen 306; Apparat zur Sammlung von CO_2 bei der Verbrennung organischer Substanzen 306
Kohlenhydrate, Bestimmung von Acetylgruppen in acetylierten polymeren Kohlenhydraten 72

Kohlenoxyd, Bestimmung 137; gaschromatographische Bestimmung 363; gaschromatographische Abtrennung und Bestimmung 124
Kohlenoxysulfid, Bestimmung kleiner Mengen in Raffineriegasen 434
Kohlenstoff, Probenahme zur Bestimmung in Gußeisen und -materialien 398; Bestimmung von gebundenem Kohlenstoff in niedriglegierten Konstruktionsstählen 159; Bestimmung an der Stahloberfläche 369; Mikrobestimmung in nichtmetallischen Anteilen von Eisen und Stahl 159; Schnellbestimmung kleiner Mengen in anorganischen und organischen Substanzen 287; Bestimmung gemeinsam mit H und N aus einer Einwaage 303
^{14}Kohlenstoff, radioaktive Bestimmung 306
Kohlenuntersuchung durch Differentialthermoanalyse 448
Kohlenwasserstoffe, chromatographische Trennung aliphatischer und aromatischer Kohlenwasserstoffe 363; Abtrennung von anderen Produkten in Wachsen 452; Trennung von Schwefelverbindungen 125
Kohlenwasserstoffgemische, adsorptive Trennung 452
Komparationstitration in der Polarographie 138
Komplexometrie, siehe Chelatometrie
Komplexverbindungen in der Polarographie 141
Konduktometrische Titrationen mit Hochfrequenz, verbessertes Gerät 134
Konstruktionsstahl, siehe Stahl
Konzentrate, Bestimmung von Zirkonium 291
Kryptogenin, Farbreaktion 233
Kryptopyrrolcarbonsäure, Charakterisierung 234
Küpenfarbstoffe, quantitative Bestimmung auf der Faser 79
Kugelgraphit, photometrische Bestimmung von Magnesium in Gußeisen mit Kugelgraphit 158
Kugelrohranordnung bei Vakuumdestillationen 146
Kuhmilchfett, chromatographische Trennung 55
Kupfer, Farbreaktion mit Bis-cyclohexanonoxalyldihydrazon 69; Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136; Nachweis 144; Bestimmung 374; Verdampfungsmethode zur spektralanalytischen Reinheitsprüfung 159; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 129; amperometrische und potentiometrische Bestimmung 282; chelatometrische Bestimmung 143; Bestimmung mit 5-Oxy-4-aza-phenanthren 6; mit Styrylkupferron 36; mit Bis-cyclohexanon-oxalyl-dihydrazon 282; Bestimmung neben viel Eisen 39; Bestimmung in Lebensmitteln 381; in Abwässern und Industrieabfällen 149; in Metallen 153; in Legierungen 140, 393; in Leichtmetallen 151; in Aluminium oder Zink 393; in Indiummetall 393; in Lagermetall 139; in Titan 68; im Stahl 151; in Eisen, Stahl und Eisenlegierungen 69; in Pflanzenaschen 445; Einfluß auf die Titanbestimmung 328; auf die Uranbestimmung 102; Bestimmung von Silber 367
Kupfer-Aluminium-Siliciumlegierungen, spektralanalytische Schnellanalyse 361
Kupferbäder, Bestimmung von Schwefelsäure 443
Kupferionen, Trennung von Wasserstoffionen auf Grund der Wanderungsgeschwindigkeit 177
Kupferlegierungen, Bestimmung von Silber 367; von Blei 140; von Arsen und Phosphor 153; von Mangan 393
Kupfer-phthalocyanintetrasulfonsäure, bei der cerimetrischen Bestimmung von Eisen(II) und Cyanoferrat(II) 109
Kupfer-propylendiamin-quecksilberjodid, Hochfrequenztitration von Quecksilber(II) 368
Kupferschmelzschlacken, Analyse 441
Kupfersulfat als Katalysator bei der vanadametrischen Titration 117
Kuppelschlacken, Bestimmung verschiedener Elemente in Kuppelschlacken 398

Laboratorien, polarographische Untersuchung schädlicher Gase 138; Planung, Bau und Einrichtung (Schramm) 462 [L]
Lactoflavin, Bestimmung 65
Lactone, Trennung von Kohlenwasserstoffen 452
Lagermetall, Bestimmung von Kupfer, Cadmium und Nickel 139
Lanthan, Bestimmung 374; Trennung von den Ceriterden 426
Laurinsäure, Abtrennung 311
Lebensmittel, Bestimmung von Blei 381; von Blei und Kupfer 381; Trennung von Farbstoffen, die zugelassen

sind 390; polarographische Bestimmung von Riboflavin und Thiamin 65; mikroskopischer Nachweis von Gewürzen und pflanzlichen Elementen in Lebensmitteln 392; siehe auch Nahrungsmittel
Lebensmittelfarben, Bestimmung von kleinen Mengen Quecksilber 382
Leber, Untersuchung des Eiweißes mit Hilfe der Brdička-Reaktion 223
Leberschädigungen, Eiweißuntersuchung und Serumuntersuchung bei Leberschädigungen 223
Legierungen, Bestimmung von Kupfer 140, 393; von Zink 139; von Phosphor 399
Leinöl, capillaranalytische Untersuchung 123
Leucin, Bestimmung in Fischmehl 65
Lewisit, empfindliche Nachweisstifte 126
Linalol, Bestimmung in ätherischen Ölen 459
Lindan, Unterscheidung von Benzolhexachlorid 77; Bestimmung in Baumwollbestäubungsmitteln 77
Literatur, Übersicht über die ungar. Chem. Literatur 1926—1945 122 [L]
Lithium, flammenphotometrische Bestimmung in österreichischen Salzmutterlaugen 280; spektralanalytische Bestimmung der Verunreinigungen 153
Lösungsmittel-Systeme, Auswahl in der Papierchromatographie 127
Lokalanaesthetica, Identifizierung 462
Luft, gaschromatographische Trennung 124; polarographische Bestimmung schädlicher Gase 138; Untersuchung in Gemischen mit Schwefelverbindungen 433; Bestimmung von Fluoriden 446; polarographische Untersuchung auf aromatische Nitroverbindungen 312; qualitative Vorprüfung für die Analyse durch Erhitzen von Substanzen an der Luft 371
Luminal, Nachweis 160
Luminescenz-Analyse im filtrierten ultravioletten Licht (Danckwortt-Eisenbrand) 360 [L]
Luminol zum Nachweis von Nervengasen mittels Chemiluminescenz 76
Lysin, Bestimmung in Fischmehl 65

Magnesitchromprodukte, Bestimmung von Chrom 440
Magnesium, Bestimmung 374; polarographische Bestimmung 283; zwei Arbeitsvorschriften zur polarographischen Bestimmung 284; Titration mit Äthylendiamintetraessigsäure 376; Abtrennung an Ionenaustauschern 39; Trennung von Aluminium durch verschiedene Komplexbeständigkeit 172; mit Hilfe von Sulfosalicylsäure 145; flammenphotometrische Bestimmung in Whisky 61; Probenahme und Bestimmung in Gußeisen und anderen Gußmaterialien 398; Bestimmung in Leichtmetallen 151; in Reinstaluminium, Aluminium und seinen Legierungen 155; in Aluminiumlegierungen 393; in Gußeisen mit Kugelgraphit 158; des austauschbaren Magnesiums in Böden 445; Bestimmung in Pflanzen, Bodenextrakten und Organismen mit Thiazolgelb 463; Empfindlichkeit der flammenphotometrischen Bestimmung in Pflanzenmaterial 446; Einfluß auf die Uranbestimmung 102; Bestimmung von Kupfer 393; von Zink 67
Magnesium und Magnesiumlegierungen, Analyse (Mayer-Price) 148 [L]
Magnesium-Aluminiumlegierungen, spektrochemische Schnellanalyse 361
Magnesiumcarbonat, Überführung mit Ionenaustauschermembranen 180
Magnesiumlegierungen, polarographische Bestimmung von Zink 139
Magnesiumoxyd, Bestimmung in Eisenerzen 440; in verschiedenen Schlacken 441
Magnesiumphosphat, Überführung mit Ionenaustauschermembranen 180
Maltoheptose, Abtrennung aus Getreidesirup 385
Maltohexose, Abtrennung aus Getreidesirup 385
Maltopentose, Abtrennung aus Getreidesirup 385
Maltose, Abtrennung aus Getreidesirup 385
Maltotetrose, Abtrennung aus Getreidesirup 385
Maltotriose, Abtrennung aus Getreidesirup 385
Mangan, Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136; Bestimmung 374; chelatometrische Bestimmung 143; amperometrische Bestimmung von zwei-, drei- und siebenwertigem Mangan 299; Bestimmung in Abwässern und Industrieabfällen 149; in Metallen 153; in Kupferlegierungen 393; in Silicomanganen 155; in Titanlegierungen 396; im Stahl 151; in Spezialstählen 398; in Pflanzenaschen 445; Einfluß auf die Titanbestimmung

328; Störung bei der Vanadiumbestimmung 49; Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Mannogenin, Farbreaktion 233
Martinschlacken, amperometrische Untersuchung 367
Menadion, Bestimmung in pharmazeutischen und Vitaminpräparaten 460
Menandiol, Bestimmung 65
Menthol, Nachweis 315
Mercaptane, gaschromatographische Trennung von den entsprechenden Alkoholen 125
Mercaptide, elektrolytische Reduktion 53
Mercaptoaneurin, Bestimmungsmethode 388
Meso-inosit-hexaorthophosphorsäure, Bestimmung 453
Mesoweinsäure-Thoron zur Bestimmung von Thorium in zirkoniumhaltigen Erzen 439
Metallanalyse, Anwendung des Gitterspektrometers 153; Amperometrie 367
Metallbeizlösungen mit Flußsäure und Salpetersäure, Bestimmung von verschiedenen Bestandteilen 443
Metalle, spektrographische Analyse 435; quantitative Bestimmung mittels Differential-Polarimetrie 372; Analyse der bei der Chlorierung von Verbindungen entweichenden Gase 127
Metallegierungen, spektralanalytische Untersuchung 151; Funken- und Bogenlinien bei der Spektralanalyse 153
Metallindicatoren in der Chelatometrie 143, 374
Metallurgie, Anwendung der Polarographie 139
Metanilgelb, Adsorptionsindikation 375
Methan, gaschromatographische Bestimmung 363; gaschromatographische Abtrennung und Bestimmung 124
Methanol bei der Wasserbestimmung in Phenol und Diäthylenglykol 380
Methionin, Bestimmung von freiem und peptidgebundenem Methionin 221; Bestimmung in Fischmehl 65
cis-β-Methoxy-α-äthoxymethylacrylonitril, Bestimmung 456
p-Methoxybenzalsemicarbazon, Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430
Methoxyl, Bestimmung in Anwesenheit mehrwertiger Alkohole 53
Methylaminoacetat, Bestimmung des Tetraphenyloborat-Anions 310
2-Methyl-4-amino-5-aminomethylpyrimidin, Bestimmung 320
Methylarbutin, Nachweis neben Arbutin 461
N-(4-Methylbenzolsulfonyl)-N′-butylharnstoff, Bestimmung im Serum 227
Methylenblauzahl, Bestimmung in verschiedenen Cellulosen 449
3,4-Methylen-dioxybenzal-semicarbazon, Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430
DL-Methyl-ephedrinhydrochlorid, Bestimmung 455
Methylester gesättigter Fettsäuren, gaschromatographische Trennung 124
α-Methylindol, Charakterisierung 234
Methylisobutylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 403
Methylmercaptan, gaschromatographische Abtrennung 125
Methylmercaptobenzthiazol-p-äthyltoluolsulfonat, Farbreaktion mit Sorbinsäure 65
Methylmethacrylat, Bestimmung von Aldehyden und Ketonen 378
2-Methyl-1,4-naphthochinon, Bestimmung in pharmazeutischen Vitamin-Präparaten 460
Methylphenylbarbital, Identifizierung 457
α-Methylstyrol, Bestimmung von Wasser 380
Methylthymolblau, Indicator in der Chelatometrie 374
Mexogenin, Farbreaktion 233
Mikrodestillationsmethode mit dem Derivatographen 321
Mikroskopische Untersuchung pflanzlicher Nahrungs- und Genußmittel (Gassner) 380 [L]
Mikrosublimation, kontinuierliche fraktionierte Mikrosublimation 371
Milch, nasse Veraschung 52; gravimetrische Fettbestimmung 386; Bestimmung von Milchsäure in konservierter Milch 63; Charakterisierung der niedermolekularen Stickstoffbestandteile 63
Milchasche, Bestimmung von Strontium-90 39
Milchfett, chromatographische Trennung 55
Milchsäure, Bestimmung in mit Formalin konservierter Milch 63
L(+)-Milchsäure, enzymatische Bestimmung 216; Bestimmung mit Milchsäuredehydrogenase 215
Milchsäuredehydrogenase zur Bestimmung von L(+)-Milchsäure 215
Mineralöl, Bestimmung von gelösten Cellulosederivaten 449; Trennung und

Bestimmung von Mono-, Di- und Tristearinen 448
Mineralwässer, Bestimmung von Sauerstoff 464
Mises au point de Chimie Analytique pure et appliquée et d'Analyse Bromatologique (Gautier) 380 [L]
Moderne Methoden in der Klinik ... (Büchner-Gabsch) 209 [L]
Molybdän, maßanalytische Bestimmung 343; Bestimmung in Metallen 153; in Titanlegierungen 396; in Titan-Molybdänlegierungen 157; im Stahl 151; in Spezialstählen 398; Einfluß auf die Titanbestimmung 328; Störung bei der Vanadiumbestimmung 49
Molybdän-Titanlegierungen, Bestimmung von Molybdän 157
Molybdat, Trennung von Wolframat 173; Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Monazit, Bestimmung von Thorium 438
Monazitsand, Bestimmung von Blei 140
Mononatriumdiphosphat, Infrarotspektrum 82
Monostearine, Abtrennung in Mineralölen 448
Morin zur Bestimmung von Zinn in Erzen 437; bei der photometrischen Bestimmung von Zirkonium 292
Morphin, Nachweis 315; Bestimmung 378
Mucoproteide, Isolierung und Untersuchung in Serum und Harn 224
Muskatellerwein, Nachweis von Thujon 60
Muskatnuß, Bestimmung von Äthylenoxyd 66
Muskelproteine, polarographische Untersuchung 224
Mutterlaugen, flammenphotometrische Bestimmung von Lithium in Salzmutterlaugen 280
Myristinsäure, Abtrennung 311

Nachweisstifte für geringe Mengen Phosgen, Blausäure, Chlorcyan und Lewisit 126
Nahrungsmittel, Bestimmung von Farbstoffen 59; mikroskopische Untersuchung (Gassner) 380 [L]; siehe auch Lebensmittel
Naphthalin, Nachweis 315
Naphtholviolett als komplexometrischer Indicator 375
7-(1-Naphthylazo)-8-hydroxychinolin-5-sulfosäure, Indicator in der Chelatometrie 143
Naphthylazoxin, Indicator in der Chelatometrie 143
Narcotin-Cotarnin-Gemische, polarographische Analyse 207
Natrium, flammenphotometrische Bestimmung mit Bariumchlorid als Puffersubstanz 281; komplexometrische Bestimmung 1; Bestimmung an Glasoberflächen 369; in pflanzlichem Material 445
Natriumäthylquecksilberthiosalicylat, Bestimmung von Quecksilber 40
Natriumalizarin-3-sulfonat, colorimetrisches Reagens 98
Natriumdithionit, bromacidimetrische Bestimmung 142; polarographische Untersuchung 45
Natriumformiat, Reaktion mit Bromlösung 268
Natriumhypochlorit als volumetrisches Reagens 429
Natrium-β-naphthochinon-sulfonat, Nachweis 206
Natriumoxalat, Reaktion mit Bromlösung 268
Natriumsalze, Bestimmung von Kalium 442; von Kalium in Reagentien aus Natriumsalzen 71
Natriumtetraphenyloborat, zum Nachweis und zur Bestimmung von Kalium 281; zur Bestimmung von Thallium(I) 42
Natriumtetrathionat, bromacidimetrische Bestimmung 142
Natriumtitanfluorid und Wasserstoffperoxyd als Farbreagens auf Kieselsäure 287
Natronlauge zur Titration von 1 n Salzsäure 368; zur Mikrotitration von Salzsäure 376
Neodiosgenin, Farbreaktion 233
Neptunium, Trennung der Isotope 237 und 239 47
Nervengase, Nachweis durch Chemilumineszenz 76
Nichteisenmetalle, spektrographische Schnellanalyse 361
Nickel, Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136; polarographisches Verhalten in Glycinlösungen 136; Nachweis äußerst geringer Mengen an Ionenaustauschern 50; photometrische Bestimmung mit Rubeanwasserstoff 301; chelatometrische Bestimmung 143; Trennung der Amminkomplexe von Kobalt und Chrom 296; Bestimmung in Abwässern und Industrieabfällen 149; in Metallen 153; in Lagermetallen 139; im Stahl 151;

in Spezialstählen 398; Verdampfungsmethode zur spektralanalytischen Reinheitsprüfung 159; Einfluß auf die Titanbestimmung 328; Störung bei der Vanadiumbestimmung 49; Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Nickellegierungen, spektrochemische Analyse von Kathodennickellegierungen für Elektronenröhren 332
Nicotinsäure, Bestimmung 65; mikrobiologische Bestimmung 390
Nicotinsäureamid, Bestimmung 65
Niob, Trennung von Tantal 351; spektrophotometrische Bestimmung neben Uran 298; Abtrennung in Ferrotantalniob 21
Nirvanol, Nachweis 160
Nitrate, polarographisches Verhalten 43; Tüpfelnachweis mit Chromotropsäure 44; Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Nitrieren, polarographische Untersuchung des Vorganges 137
Nitrite, polarographisches Verhalten 43
p-Nitroacetophenon, polarographische Bestimmung 80
m-Nitrobenzoesäure bei der polarographischen Bestimmung von Thorium 292
Nitrofurantoin, Bestimmung im Urin 239
Nitrophenol, Titration mit Chrom(II)-sulfat 305/306
p-Nitrophenyl-2-amino-1,3-propandiol, polarographische Bestimmung 80
m-Nitrophenylarsonsäure bei der polarographischen Bestimmung von Thorium 292
4-(p-Nitrophenylazo)-2-bis(carboxymethyl)-aminomethyl-1-naphthol als komplexometrischer Indicator 375
p-Nitrophenylazobrenzcatechin, Indicator bei der komplexometrischen Bestimmung von Zirkonium und Hafnium 290
Nitrosieren, polarographische Untersuchung des Vorganges 137
Nitrosodimethylanilin, Titration mit Chrom(II)-sulfat 305
1-Nitroso-2-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsaures Natrium zum Nachweis von Kobalt an Ionenaustauschern 49
Nitrosonaphthol, Titration mit Chrom-(II)-sulfat 305
p-Nitrosophenol, Titration mit Chrom-(II)-sulfat 305
Nitroso-R-Salz zum Nachweis äußerst geringer Mengen Kobalt an Ionenaustauschern 49
Nitroverbindungen, Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl 304; polarographische Bestimmung aromatischer Nitroverbindungen 312
Noradrenalin, Bestimmung in Urin und Gewebe 225
1-Noradrenalin, Nachweis 206
Norephedrin, Nachweis 206
Novocain, Bestimmung 206
Nucleinsäuren, Bestimmung 237
Nylon 6, Bestimmung von ε-Caprolactam und Feuchtigkeit 75
Nylon-610, Untersuchung 378

Oberflächen, chemische Analyse durch kernphysikalische Methoden 369
Oberflächenaktive Substanzen, Analysen im Halbmikromaßstab 450
Obst, Bestimmung von Vitaminen 65
Obstsäfte, Bestimmung von Sauerstoff 464
Octylgallat, Bestimmung in Ölen und Fetten 383
Öle, capillaranalytische Untersuchung 123; polarographische Untersuchung 79; Bestimmung von Antioxydantien 383
Ölfarben, Bestimmung von Phthalsäureanhydrid in Glycerinphthalsäure-Ölfarben 450
Offizinelle Salben, Bestimmung von Zn, Pb und Hg 319
Opalglas, Bestimmung von Blei 140; von Fluor 369
Orcin-Reagens zur Bestimmung von Sialinsäure 58
Organic Analysis (Mitchell-Kolthoff-Proskauer-Weißberger) 201 [L]
Organische Analyse (Linstead-Weedon) 201 [L]
Organische Basen, colorimetrische Bestimmung 455; Bestimmung durch Fällung mit Tetraphenyloborat 455
Organische Fällungsmittel in der quantitativen Analyse (Prodinger) 359 [L]
Organisches Material, nasse Veraschung 52
Organische Stoffe, Trennverfahren (Röck) 202 [L]
Organische Substanzen, Apparat zur nassen Verbrennung und Sammlung von Kohlendioxyd 306; Streuung der β-Teilchen 370; Zerstörung bei der Metallbestimmung in Abwasser 149; Schnellbestimmung von Kohlenstoff 287; Bestimmung von Fluor 205
Organische Verbindungen, papierchromatographische Trennung saurer organischer Verbindungen 51; polaro-

graphische Untersuchung 313; direkte Titration mit Chrom(II)-sulfat 305; Mikrotitration 51; Mikrobestimmung von aktivem Wasserstoff 203; Bestimmung von Sauerstoff nach Unterzaucher 304; von Schwefel 204; Mikrobestimmung von Schwefel 304; Bestimmung von Jod in Verbindungen, die auch andere Halogene enthalten 205
Organismen, Bestimmung von Magnesium 463
Orthophosphat, Bestimmung mit Hexamminkobalt(III)-chlorid 293
Oscillographische Polarographie, siehe Polarographie
Oxalat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Oxalsäure, Bestimmung im Harn 217; Bestimmung von Wasserstoffperoxyd neben Oxalsäure 280
Oxin zur Bestimmung von Zinn in Erzen 437
5-Oxy-4-aza-phenanthren zur quantitativen Kupferbestimmung 6
p-Oxyazobenzol, Untersuchung von Steroidsapogeninen 233
p-Oxybenzoesäure, bromacidimetrische Titration 142
Oxydationsmittel, Störung bei der Vanadiumbestimmung 49
Oxyde, Analyse der bei der Chlorierung entweichenden Gase 127
Oxydimetrische Titrationen in alkalischen Lösungen 373
Oxyprolin, Nachweis in der Milch 63
Oxysäuren, siehe Hydroxysäuren
Ozokerit, capillaranalytische Untersuchung 123

Palladium, Nachweis 145; röntgenfluorescenz-spektrometrische Bestimmung 302
Palmitinsäure, Abtrennung 311
Pantothensäure, Bestimmung 65
Papierchromatographie, Auswahl von Lösungsmittel-Systemen 127; Konzentrierung von Lösungen 128; aufsteigende Chromatographie in Glasbehältern 128; Elution von Substanzen aus Chromatogrammen und Übertragung auf andere Papiere 364; quantitative Bestimmung anorganischer Ionen nach papierchromatographischer Trennung 129; Anwendungen auf dem Seifengebiet 130; Gerät zum Auftragen großer Flüssigkeitsvolumina auf das Papier 129, 130; siehe auch Chromatographie
Papierelektrophorese, photometrische Auswertung nichttransparenter Papierelektropherogramme 366; Übersicht über die Apparaturen 365; Gerät zur kontinuierlichen Elektrophorese 365; zur Hochspannungselektrophorese 366
Paprika, mikroskopische Untersuchung 393; Bestimmung von Äthylenoxyd 66
Paraffine, capillaranalytische Untersuchung ölarmer Paraffine 123
Patulin, Nachweis und Bestimmung 240
Pektine, Bestimmung von Acetylgruppen 72
Penicillin, polarographische Bestimmung 138
Pennogenin, Farbreaktion 233
Pentaboran, gaschromatographische Abtrennung 363
3,5,7,2′,4′-Pentahydroxyflavon zur Bestimmung von Zinn in Erzen 437
n-Pentan, gaschromatographische Abtrennung 125
Pentenylsenföl, Bestimmung 457
Pentobarbital, Identifizierung 457
Peptidaseaktivität, manometrische Bestimmung 240
Peptide, elektrolytische Reduktion thiolhaltiger Peptide 53
Perjodat, Bestimmung von Jodat neben Perjodat 401
Permalloy, polarographische Bestimmung von Chrom 139
Peroxybuttersäure, Trennung von Peroxypropionsäure 55
Peroxypropionsäure, Trennung von Peroxybuttersäure 55
Persulfat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Pervitin, Nachweis 206
Pflanzen, Bestimmung von Magnesium 463; von Senföl 457
Pflanzenaschen, Bestimmung von Cu, Zn und Mn 445
Pflanzenextrakte, Nachweis von aromatischen Hydroxysäuren neben ihren Estern und Phenolen 452
Pflanzengewebe, Bestimmung von Fluoriden 446
Pflanzliche Elemente, mikroskopischer Nachweis in Lebensmitteln 392
Pflanzliches Material, Bestimmung von Natrium und Kalium 445; Empfindlichkeit der flammenphotometrischen Magnesiumbestimmung 446; Bestimmung von Chlorid 214
Pflanzliche Wuchsstoffe, Bestimmungsmethoden (Linser-Kiermayer) 209 [L]

Phanodorm, Nachweis 160
Pharmaceutica, Fällung von organischen Basen mit Tetraphenyloborat 455; nichtwäßrige Titration 454; Nachweis von Jodid 47; Bestimmung von Tannin 378; sympaticuswirksamer Amine 456; von Menadion 460; von Vitaminen 65; Trennung von Vitamin A und D 461; Nachweis von Reserpin 208
Pharmazeutische Industrie, Anwendung der Polarographie 80
Pharmazie, Anwendung der Polarographie 79
Phenetidin, amperometrische Bestimmung von Oxydationsprozessen 319
Phenobarbital, Analyse und Identifizierung 457
Phenol, Bestimmung von Wasser 380
Phenole, Infrarotabsorptionsspektren o- und p-alkylierter Phenole 313; Oxydationsstufen in der Polarographie 136; papierchromatographische Abtrennung 312; Bestimmung in Industrieprodukten 378; Bestimmung des aktiven Wasserstoffes 203; Nachweis von Hydroxysäuren neben Phenolen 452
Phenolische Verbindungen, papierchromatographische Bestimmung 52
Phenyl-acetylcarbinol, oscillographisch-polarographische Analyse 207
Phenyläthylsenföl, Bestimmung 457
Phenylalanin, Bestimmung in Fischmehl 65
4-Phenyl-5-amino-1,2,3-triazole, Unterscheidung der Isomeren 317
N-Phenyl-N′-cyclohexyl-p-phenylendiamin, Bestimmung in Gummiprodukten 451
Phenylfluoron, Bestimmung von Zinn in Erzen 437
Phenylhydrazin, Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430; Abtrennung 43
Phenylhydroxylamin, Abtrennung 43
Phenylketone, polarographische Bestimmung 315
Phenylnaphthylamin, Bestimmung in Gummiprodukten 451
N-Phenyl-p-phenylendiamin, Reduktionsmittel für Phosphormolybdänsäure 213
Phenylphosphinsäure, Bestimmung 308
Phenylquecksilberacetat, polarographische Reduktion 313; Bestimmung von Quecksilber 40
Phosgen, empfindliche Nachweisstifte 126
Phosphat, Einfluß auf die Titanbestimmung 328; auf die Uranbestimmung 103
Phosphatase, Bestimmung mit N-Phenyl-p-phenylendiamin 213
Phosphate, Bestimmung 308; papierchromatographische Bestimmung kondensierter Phosphate 293; Trennung kondensierter Phosphate durch Anionenaustausch 44
Phosphatgesteine, Bestimmung kleiner Mengen Uran 440
Phosphinsäuren, Bestimmung 308
Phosphite, Bestimmung 308
Phosphonate, Bestimmung 308
Phosphor, Reaktion von rotem Phosphor mit Bromlösung 268; Bestimmung 378; in Seewasser 150; in Kupferlegierungen 153; in Stählen und Legierungen 399; in unlegiertem Stahl 243; des Gesamtphosphors im Blut 213
Phosphoroanhydride, Bestimmung 76
Phosphorohalogenide, Bestimmung 76
Phosphorophenolate, Bestimmung 76
Phosphorsäure, Bestimmung mit N-Phenyl-p-phenylendiamin 213; Bestimmung in Düngemitteln 443
Phosphorverbindungen, Ultrarotabsorptionsspektren 81; Mikronachweis organischer Phosphorverbindungen 307; photometrische Bestimmung organischer Phosphorverbindungen 76
Phosphorylierende Agentien, Bestimmung von Mikrogrammengen 307
Phosphoserin, Trennung und Bestimmung 221
Phosphothreonin, Trennung und Bestimmung 221.
Phthaleinkomplexon als Indicator 375
Phthalocyanin als Oxydations-Reduktions-Indicator 109
Phthalsäureanhydrid, Bestimmung in Glycerinphthalsäure-Ölfarben 450
Phthalsäureglycerin-Ölfarben, Bestimmung von Phthalsäureanhydrid 450
Physiologische Flüssigkeiten, Bestimmung reduzierender Zucker 378
Phytadien, Bestimmung 454
Phytin, Bestimmung 453
Phytol, Bestimmung 454
Pikrinsäure, Titration mit Chrom(II)-sulfat 306
Pikrinsäurelösung, Reagens auf Anaesthetica 462
Plasma, Bestimmung von Calcium 212; von Protein, Albumin und Fibrinogen 223.

Plasmadialyse, Anwendung zur Bestimmung der diffundierbaren Calciumfraktion 212
Plasmocorinth B zur Bestimmung von Calcium in biologischen Flüssigkeiten 211
Platin, röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung 302
Platinstiftelektroden, rotierende und vibrierende Platinstiftelektroden in der Polarographie 136
Polarisationsspannung, Polarographie bei pulsierender Spannung 137
Polarographie der Komplexverbindungen und ihre analytischen Anwendungen 141; neue Arbeitsrichtungen 136; mit pulsierender Polarisationsspannung 137; Verwendung in der metallurgischen Praxis 139; bei Polymerisationsprozessen 449; Anwendung in der Pharmazie 79, 80; Entfernung von Sauerstoff aus Lösungen 367; Anwendung des Barker-Rechteckwellen-Polarographen 139; Fortschritte auf dem Gebiet der oscillographischen Polarographie 138; Oscillographische Analysen in der Polarographie 138; Verwendung oscillographischer Methoden 138; Vorteile und Eigentümlichkeiten der oscillographisch-polarographischen Methode 138; Verwendung des Kathodenstrahloscillographen 138; Elektroden und Analysatoren für kontinuierliche Bestimmungen 137
Polyester, Bestimmung der Carboxylendgruppen 74
Polyisoprene, Infrarotspektroskopie 73
Polymere, Bestimmung von Stickstoff 377; von Chlor 377
Polymerisationsprozesse, Verwendung der Polarographie zur Verfolgung 449
Polysaccharide, Mikrotrennung durch Zonenelektrophorese 55
Polyurethanester, künstliches Alterungsverfahren zur Untersuchung von Schaumpolsterstoffen 75
Potentiometrische Neutralisationstitrationen, Aluminiumindicatorelektroden 135
Potentiometrische Titrationen von Säuren und Basen, optimale Bedingungen 134
Präparative Chemie, Verwendung von Ionenaustauschermembranen 169
Pregnantriole, Lokalisierung auf Papierchromatogrammen mit Trichloressigsäure 229
Procain, Bestimmung von p-Aminobenzoesäure neben Procain 206
Prolin, Bestimmung 220; Nachweis in der Milch 63
Propan, gaschromatographische Abtrennung 124
Propylbarbital, Identifizierung 457
Propylen, gaschromatographische Abtrennung 124
Propylgallat, Bestimmung in Ölen und Fetten 383
Propylmercaptan, gaschromatographische Abtrennung 125
Proteine, kontinuierliche Papierelektrophorese 365; Gerät zur kontinuierlichen Papierelektrophorese 365; Bestimmung im Serum 223; in Serum und Plasma 223; Untersuchung der Muskelproteine 224
Provitamin A, Bestimmung 65
Pseudodigogenin, Farbreaktion 233
Pseudodiosgenin, R_f-Wert 233
Pseudojonon, polarographische Bestimmung 80
Purinbasen, Fällung mit Silberoxyd in saurem Milieu 58
Purine, Abtrennung und Bestimmung 236
Pyridinbasen, Analyse von Gemischen 56
Pyridoxin, Bestimmung 65; im Harn 233
Pyridoxinhydrochlorid, mikrobiologische Bestimmung 390
Pyrimidine, Verbrennung 203
Pyrimidinnucleotide, Abtrennung und Bestimmung 236
Pyrophosphat, Bestimmung mit Hexamminkobalt(III)-chlorid 293
Pyrophosphorsäure, Infrarotspektrum 82
Pyrosulfit, Bestimmung 295
Pyrrol, Charakterisierung 234
α-Pyrrolcarbonsäure, Charakterisierung 234
Pyrrole, Bestimmung und Charakterisierung biologisch wichtiger Pyrrole 234

Qualitative Halbmikroanalyse (Alimarin-Archangelskaja) 358 [L]
Qualitative Organic Chemical Analysis (Linstead-Weedon) 201 [L]
Quantitative Analysis, Essentials (Benedetti-Pichler) 359 [L]
Quecksilber, Maskierung und Bestimmung mit Thiosemicarbazid 285; röntgenabsorptiometrische Mikrobestimmung 285; Abtrennung als Queck-

silberdithizonat 40; Bestimmung in organischen Quecksilberverbindungen 40; kleiner Mengen in synthetischen Lebensmittelfarben 382; in Äpfeln 61; in Abwässern 137; in offizinellen Salben 319; Einfluß auf die Uranbestimmung 102; Bestimmung von Bi, Pb, Cd und Zn neben Hg 285
Quecksilber(I), manganometrische Titration 40; volumetrische Bestimmung mit Permanganat 115
Quecksilber(II), Hochfrequenztitration 368
Quecksilberdithizonat, Abtrennung von Quecksilber 40
Quecksilberelektrode, strömende Quecksilberelektrode in der Polarographie 136; in der oscillographischen Polarographie 138
Quecksilberferricyanidkomplex, konduktometrische Studien über die Zusammensetzung 353
Quecksilbersalicylat, Bestimmung von Quecksilber 40

Radioaktive Analysenmethoden, Anwendungen 368
Radioaktive Untersuchung von schwachen Strahlungsquellen 370
Radiochemische Analyse, Untersuchung von Strahlungsquellen, die der Stärke des Kaliumchlorids vergleichbar sind 370
Radium, Abtrennung an Ionenaustauschern 39
Raffinerlegase, Bestimmung kleiner Mengen Kohlenoxysulfid 434
Reagentien, Bestimmung von Kalium in Reagentien aus Natriumsalzen 71
Reaktionen, Versuche zur Ausführung elektronenmikroskopisch auswertbarer Reaktionen 373
Reaktionen bei hohen Temperaturen, IR-spektroskopische Messung 146
Rechteckwellen-Polarograph nach Barker, neue Untersuchungen zur Anwendung 139
Redoxtitration in der Amperometrie 367
Reinstaluminium, Bestimmung von Magnesium 155
Reserpin, Nachweis 208
Resorufin zur Zinnbestimmung 288
Rhenium, Nachweis 145
1-Rhodan-2,4-dinitrobenzol zum Nachweis von Silber 283
Rhodanid, colorimetrische Bestimmung 287; Bestimmung in alkalischer Lösung 374; Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Rhodium, röntgenfluorescenzspektrometrische Bestimmung 302
Riboflavin, Bestimmung 65; mikrobiologische Bestimmung 390; polarographische Bestimmung in Lebensmitteln 65
Ringofenanalyse 378
Rockogenin, Farbreaktion 233
Röntgenbeugungs- und Absorptionsanalyse mit monochromatischem Licht 122
Rohrzucker, Reaktion mit Bromlösung 268
Rongalit, bromacidimetrische Bestimmung 142
Rubeanwasserstoff, zur Bestimmung von Nickel 301
Rubeanwasserstoffsäure zum Nachweis äußerst geringer Mengen Nickel an Ionenaustauschern 50
Rückenmarksflüssigkeit, Bestimmung von Brenztraubensäure 219
Rutil, Bestimmung in Titandioxyd 70

Saccharin, Schnellnachweis 259
Säulenchromatographie, Fraktionssammler zum Messen genauer Eluatvolumina 131; siehe auch Chromatographie
Säure-Base-Titration in nichtwäßrigen Lösungen und ihre Anwendung auf Pharmaceutica 454
Säuren, Dead-stop-Titrationen 368; optimale Bedingungen der potentiometrischen Titration 134; Schnellbestimmung in einer Metallbeizlösung 443; Bestimmung des aktiven Wasserstoffes 203
Salben, polarographische Untersuchung 79; komplexometrische Bestimmung von Zn, Pb und Hg 319; Bestimmung von Benzoesäure und Salicylsäure 313; Untersuchung auf Novocain, Anaesthesin und Sulfonamide 206
Salicylat, Halbmikrobestimmung in Blut 225
Salicylsäure, Bestimmung 313; papierchromatographische Abtrennung und Bestimmung 314; Eisen(III)-komplex zur Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 280
Salpetersäure-Flußsäure-Metallbeizlösungen, Bestimmung verschiedener Bestandteile 443
Salpetrige Säure, polarographisches Verhalten 43

Salzmutterlaugen, flammenphotometrische Lithiumbestimmung 280
Salzsäure, Hochfrequenztitration mit 1 n Natronlauge 368; Mikrotitration mit Natronlauge 376
Sapogenine, Verteilungssysteme nach Zaffaroni zur Untersuchung von steroidischen Sapogeninen 233
Sarin, Bestimmung 76, 308
Sarsasapogenin, Farbreaktion 233
Sauerstoff, Entfernung aus Lösungen zur Polarographie 367; gaschromatographische Bestimmung 124; Bestimmung in verschiedenen Produkten 464; Isotopenmethode zur Bestimmung in Titan 157; Bestimmung in Chrom 397; an der Stahloberfläche 369; in organischen Verbindungen nach Unterzaucher 304; in Flüssigkeiten 434; in Butadien, Äthylen oder Kesselspeisewasser 137; im Blut 464
Schalen, Bestimmung des Anteiles in Kakaoerzeugnissen durch Zählung der Sklereide 392
Schaum, Analyse von Substanzen durch Überführen in Schäume 372
Schaumkraftzahl zur Beurteilung von Zahnpflegemitteln 80
Schaumpolsterstoffe, künstliches Alterungsverfahren zur Untersuchung von Schaumpolsterstoffen auf Urethanbasis 75
Schlacken, siehe Kuppelschlacken
Schnellverfahren im Untersuchungslaboratorium 259
Schoenocaulon officinale, Nachweis von Cholin 80
Schwarzsand, Bestimmung von Thorium 438
Schwefel, colorimetrische Bestimmung von elementarem Schwefel 45; Fehlerquellen bei der Mikrobestimmung durch Verbrennung 305; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 204, 304; Bestimmung in Gummi nach der Sulfitmethode 450
Schwefel-35, Bestimmung kleiner Mengen in Gewebeproben 214
Schwefeldioxyd, Bestimmung 137, 295; Untersuchung eines Gemisches mit Luft und anderen Schwefelverbindungen 433
Schwefelsäure, Bestimmung in Kupferbädern 443
Schwefeltrioxyd, Untersuchung eines Gemisches mit Luft und anderen Schwefelverbindungen 433
Schwefelverbindungen, Trennung von leichten Kohlenwasserstoffen 125
Schwefelwasserstoff, gaschromatographische Abtrennung 125; Untersuchung eines Gemisches mit Luft und Schwefeloxyden 433
Seewasser, Nachweis von Jodid 47; Bestimmung von Phosphor 150
Seifengebiet, papierchromatographische Untersuchungen 130
Selen, Nachweis 145; Bestimmung 374; spektrographische Bestimmung 104
Selen(IV), Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136
Selenat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Seltene Erden, chelatometrische Bestimmung 143; Spurenbestimmung von Zink 67; Bestimmung von Zirkonium neben Seltenen Erden 290
Semicarbazid, Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430
Senföl, Bestimmung in Pflanzen 457
Serin, Trennung und Bestimmung 221; Bestimmung in Fischmehl 65
Serum, Bestimmung von Kalium 463; des eiweißgebundenen Jods 215; von L(+)-Milchsäure 216; von N-(4-Methylbenzolsulfonyl)-N′-butylharnstoff 227; polarographische Untersuchung des Eiweißes mit Hilfe der Brdička-Reaktion 223; Bestimmung der Proteine 223; von Protein, Albumin und Fibrinogen 223; der Mucoproteide 224
Serumproteine, Bestimmung 223
Sialinsäuren, colorimetrische Bestimmung 58
Silber, Mikronachweis mit 1-Rhodan-2,4-dinitrobenzol 283; gravimetrische Bestimmung als Silberchromat 188; Bestimmung in Kupfer und Kupferlegierungen 367; in Erzen 277; Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Silberchlorid, Überführung mit Ionenaustauschermembranen 180
Silbernitrat, Titration mit 0,1 n Kaliumchlorid 368
Silicat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Silicatgesteine, Bestimmung von Thorium 438
Silicium, spektralanalytische Bestimmung in Metallen 153; Bestimmung in Leichtmetallen und Stahl 151; in Silicomanganen 155; in Titan und Titanlegierungen 156; spektrochemische Bestimmung von Borspuren 394
Silicium-Aluminium-Kupferlegierungen, spektralanalytische Schnellanalyse 361

Silicium-Aluminiumlegierungen, spektrochemische Schnellanalyse 361
Silicomangane, spektralanalytische Untersuchung 155
Sirupe, polarographische Untersuchung 79
Sklereide, Zählung zur Bestimmung der Schalen im Kakao 392
Sojabohnen-Steroidgemische, Bestimmung von Stigmasterol 227, 228
sol. arsenicalis Fowleri, Bestimmung von Arsen 376
Sorbinsäure, Farbreaktion mit Methylmercaptobenzthiazol-p-äthyltoluolsulfonat 65; Bestimmung in biologischen Lösungen 65
Spektralanalyse, Entwicklungsmöglichkeiten 152; Bogen- und Funkenlinien in der Metallanalyse 153; Spektrograph zur Schnellanalyse von Nichteisenmetallen 361; Auswertegerät 361
Spektralgerät zur Untersuchung in der Metallurgie 152
Spektralphotometer, selbstregistrierendes Spektralphotometer 375
Spektrochemische Betriebsanalyse (Moritz) 148 [L]
Spektrometer, lichtelektrisches Gitterspektrometer im Stahlwerksbetrieb zur Analyse von Metallen 151
Spezialstähle, Analyse an Cellulosesäulen 398
Spinat, Bestimmung von verschiedenen Metallen in der Asche 446
Spot Tests in Organic Analysis (Feigl) 202 [L]
Spurenelemente, Biochemie (Scharrer) 211 [L]
Stärke, Bestimmung der Feuchtigkeit 386
Stahl, Probenahme zur Untersuchung auf Gase 398; spektrometrische Untersuchung 151; Cellulosesäulen zur chromatographischen Analyse von Spezialstählen 398; Bestimmung von Kupfer 69; von Bor in synthetischen Stählen 41; von Aluminium in legierten Stählen 261; von Kohlenstoff in den nichtmetallischen Anteilen 159; von Kohlenstoff in niedrig legierten Konstruktionsstählen 159; von Blei 140; von Blei in gebleitem Stahl 398; von Zirkonium 399; von Stickstoff 159; von Phosphor und Arsen in unlegiertem Stahl 253; von Phosphor 399; von Vanadium 400; von Uran(VI) 400
Stahloberflächen, Bestimmung von Sauerstoff und Kohlenstoff 369
Stahlwerksbetrieb, lichtelektrisches Gitterspektrometer 151
Stannit (Lagermetall), Bestimmung von Cu, Zn und Ni 139
Statistik in der chemischen Analyse 161
Stearine, Trennung in Mineralölen 448
Stearinsäure, Abtrennung 311
Steeloscop, Verwendung in der spektrographischen Analyse von Metallen 435
Steroide, Analyse im Harn 231; Analyse binärer Gemische im Harn 231; der Soja-Bohne, Bestimmung von Stigmasterol 227
Steroidgemische aus Sojabohnen, Bestimmung von Stigmasterol 228
Stickoxyde, polarographisches Verhalten 43
Stickstoff, Bestimmung 369; gaschromatographische Bestimmung 124, 363; Bestimmung nach Dumas in Mengen von 1—10 mg 303; Säurebedarf beim Kjeldahlaufschluß 203; Bestimmung gemeinsam mit C und H aus einer Einwaage 303; Bestimmung des organischen Stickstoffes in Wasser und Abwasser 150; Bestimmung im Stahl 159; Mikrobestimmung nach Kjeldahl in aromatischen Nitroverbindungen 304; Bestimmung durch Verbrennung von Thiazolen und Pyrimidinen 203; Bestimmung in Polymeren 377
Stickstoffbestandteile, Charakterisierung in der Milch 63
Stickstoffdioxyd, Bestimmung 43
Stickstoffmonoxyd, Bestimmung 43
Stickstoffverbindungen, polarographisches Verhalten anorganischer Stickstoffverbindungen 43
Stigmasterol, Bestimmung in Sojabohnen-Steroidgemischen 227, 228
Stilbazo zur Bestimmung von Aluminium 441
Stilbene, Untersuchungen 34
4-Stilbenyl-nitrosohydroxylamin, analytische Verwendbarkeit 34
Stöchiometrische Aufgabensammlung (Bahrdt und Scheer) 121 [L]
Streupulver, Bestimmung von Zink 318
Strontium, Bestimmung 374; Abtrennung an Ionenaustauschern 39; Bestimmung in Gemischen mit Calcium durch Verdünnungsanalyse 39; Bestimmung neben Calcium und Barium 23; Einfluß auf die Uranbestimmung 102; spektralanalytische Bestimmung der Verunreinigungen 153
Strontium-90, Bestimmung in Milch- und Knochenasche 39

Strontiumoxalat, Thermogramm einer Mischung mit Barium- und Calciumoxalat 249
Strychnin, Bestimmung in Urin 238
Styphninsäure, Reagens auf Anaesthetica 462
Styrylkupferron, analytische Verwendbarkeit 34
Sublimation, kontinuierliche, fraktionierte Mikrosublimation 371
Succinimid, Nachweis 315
Sudangelb zur Untersuchung von Steroidsapogeninen 233
Sudanrot zur Untersuchung von Steroidsapogeninen 233
Sulfadimethylpyrimidin, Bestimmung 206
Sulfaguanidin, Bestimmung 206
Sulfamethylthiazol, Bestimmung 206
Sulfanilamid, Bestimmung 206
Sulfat, volumetrische Bestimmung 46; Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Sulfid, Bestimmung in alkalischer Lösung 374
Sulfit, Bestimmung in alkalischer Lösung 374; Bestimmung von Dithionit neben Sulfit 45
Sulfitablauge, Trennung und Erkennung verschiedenartiger Verbindungen 71
Sulfoäthylcellulose in der Ionenaustauschchromatographie 132
Sulfomethylcellulose in der Ionenaustauschchromatographie 132
Sulfonamide, Bestimmung 206; Schnellbestimmung 319; Bestimmung in Tabletten 206
Sulfosalicylsäure als Maskierungsmittel 145; Eisen(III)-komplex zur Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 280
Sympathicomimetica, Nachweis auf Papierchromatogrammen 206
Sympatol, Nachweis 206

Tabletten, polarographische Untersuchung 79; Bestimmung von Sulfonamiden 206; von Vitaminen 65
Tabun, Bestimmung 76
Talkum, Bestimmung von Zink 318
Tannin, Bestimmung in Industrieprodukten 378; in pharmazeutischen Zubereitungen 378
Tantal, Abtrennung in Ferrotantalniob 21; von Niob und Mischoxyden von Zirkonium 351
Tartrat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Taschenbuch der Chemie (Perelman u. Nekrassow) 121 [L]
Teigwaren, Nachweis von Weichweizenmehl 62
Tellur, Nachweis 145; amperometrische Bestimmung 367
Tellurit, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Terphenylisomere, IR-Analyse 316
Terylen, Bestimmung 378
Tetraäthylpyrophosphat, Bestimmung 307
Tetraboran, gaschromatographische Abtrennung 363
Tetraborat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
1,3,6,8-Tetrabrom-7-hydroxyphenoxazon-(2) zur Zinnbestimmung 288
Tetrabromresorufin zur Zinnbestimmung 288
Tetranatriumdiphosphat, Infrarotspektrum 83, 84
Tetraphenyloborat zur Fällung pharmazeutisch wichtiger organischer Basen 455
Tetraphenyloborat-Anion, Bestimmung in seinen Salzen mit organischen Aminen 310
α,β,γ,δ-Tetraphenylporphin, Farbreaktion auf Zink 67
Tetrazen, Titration mit Chrom(II)-sulfat 306
Tetrazolpurpur, polarographische Untersuchung 141
Thallium, Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136; Nachweis 144; Bestimmung in Indiummetall 394; Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Thallium(I), Bestimmung durch innere Elektrolyse 41; Bestimmung mit Natriumtetraphenyloborat 42
Thalliumchlorid, Überführung mit Ionenaustauschermembranen 180
Thalliumnitrat, Darstellung mit Hilfe von Ionenaustauschermembranen 181
Therapeutica, Fällung mit Tetraphenyloborat 455
Thermoanalyse, Differentialthermoanalyse mit Derivatographen 241; siehe auch Differentialthermoanalyse
Thermochromatographie in der Gasphase 364
Thiamin, Bestimmung 65; polarographische Bestimmung in Lebensmitteln 65
Thiaminhydrochlorid, mikrobiologische Bestimmung 390
Thiaminpräparate, Chromatographie 66
Thiazolderivate, Polarographie 57
Thiazole, Verbrennung 203

Thiazolgelb zur Bestimmung von Magnesium in verschiedenen Produkten 463
Thiocyanat, Einfluß auf die Uranbestimmung 103
Thioharnstoff, Bestimmung mit alkalischer Bromlösung 267, 268
Thiolaminosäuren, elektrolytische Reduktion 53
Thiolgruppen, Bestimmung 54
Thiopentobarbital, Analyse 457
Thiophen, gaschromatographische Abtrennung 125; Trennung von Benzol 125
Thiophosphate, Bestimmung 308
Thiosalicylsäure, bromacidimetrische Titration 142
Thiosemicarbazid zur Bestimmung und Maskierung von Quecksilber 285; Bestimmung mit Natriumhypochlorit 430
Thiosinamin, bromacidimetrische Untersuchung 142
Thiosulfat, Bestimmung 295; in alkalischer Lösung 374; Einfluß auf die Uranbestimmung 103; Bestimmung von Dithionit neben Sulfit und $S_2O_3^{2-}$ 45
Thorianit, Bestimmung von Thorium 438
Thorit, Bestimmung von Thorium 438
Thorium, Bestimmung 374; chelatometrische Bestimmung 143; polarographische Bestimmung mit Hilfe von m-Nitrobenzoesäure, m-Nitrophenylarsonsäure oder 8-Hydroxychinolin 292; Bestimmung in Silicatgesteinen und Erzen 438; in zirkoniumhaltigen Erzen 439; Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Thoron-Mesoweinsäure zur Bestimmung von Thorium in zirkoniumhaltigen Erzen 439
Threonin, Trennung und Bestimmung 221; Bestimmung in Fischmehl 65
Thujon, Nachweis und Bestimmung in ätherischen Ölen, Drogen und verschiedenen Weinen 60
Tierische Substanzen, Bestimmung von Chlorid 214
Tigogenin, Farbreaktion 233
Tinkturen, polarographische Untersuchung 79
Titan, photometrische Bestimmung durch Extraktion als Tributylammonium-Titan-Sulfosalicylat 324; Abtrennung von Aluminium unter Verwendung von Sulfosalicylsäure 145; Trennung von Eisen mittels Sulfosalicylsäure 145; Bestimmung in Titanlegierungen 396; Abtrennung in Ferrotantalniob 21; Einfluß auf die Uranbestimmung 103; Bestimmung von Kupfer 68; von Silicium 156; Isotopenmethode zur Bestimmung von Sauerstoff 157
Titandioxyd, Bestimmung des Anatas- und Rutilgehaltes 70
Titanlegierungen, qualitative und quantitative Analyse 396; Bestimmung von Silicium 156
Titan-Molybdänlegierungen, Bestimmung von Molybdän 157
Titanweiß, Analyse 439
Titrationen, oxydimetrische Titrationen in alkalischen Lösungen 373
Titrierspektralphotometer, selbstregistrierendes Spektralphotometer 375
Titrimetrie, automatische Titrimetrie 377
Tocopherol, Bestimmung 65
α-Tocopherol, Bestimmung durch Chromatographie an sekundärem Magnesiumphosphat 388; Bestimmung von Gesamtvitamin E neben α-Tocopherol 389
Toluol-3,4-dithiol, Verwendung in der qualitativen Analyse 144; Verwendung der Zinkverbindungen in der qualitativen Analyse 145
Toxaphen, Bestimmung in Insecticiden 78
Toxische Verbindungen, Bestimmung organischer Phosphorverbindungen 76
Triäthylaminoäthylcellulose in der Ionenaustauschchromatographie 132
Triäthylendiaminkobalt(III)-hydroxyd, Titrationskurve mit Hexacyanokobalt(III)-säure 49
Tributylammonium-Titan-Sulfosalicylat zur photometrischen Bestimmung von Titan 324
Trichloracetaldehyd, Bestimmung in Gegenwart von Dichloracetaldehyd 10
Tridecansäure, papierchromatographischer Nachweis 55
Trimethylsilylderivate von Alkoholen, massenspektrometrische Bestimmung 53
Trinatriumdiphosphat, Infrarotspektrum 82, 83
Trinitrotoluol, Titration mit Chrom(II)-sulfat 306
Triorthokresylphosphat, polarographische Bestimmung als Dinitroderivat 312
Triphosphat, Bestimmung mit Hexamminkobalt(III)-chlorid 293
Tristearine, Abtrennung in Mineralöl 448

Tritium, Bestimmung in Glasproportionalzählern 280
Trocknungsapparat 146
Tropin, Nachweis 315
Tryptophan, mikrobiologische Bestimmung 390; Nachweis in der Milch 63
Tüpfelanalyse, Beiträge 315
Tyrosin, Mikrobestimmung 220; verbesserte Mikrobestimmungsmethode 220; Nachweis in der Milch 63; Bestimmung in Fischmehl 65

Ultraseptylsalbe, Untersuchung auf Novocain, Anästhesin und Sulfonamide 206
Umlaufverdampfer, Konstruktion eines kleinen Vakuum-Umlaufverdampfers 146
Untersuchungslaboratorium, Schnellverfahren 259
Uran, colorimetrische Bestimmung 297; spektralphotometrische Bestimmung 46; maßanalytische Bestimmung 297; Mikrobestimmung mit Natriumalizarin-3-sulfonat 98; spektrophotometrische Bestimmung neben Niob 298; Bestimmung kleiner Mengen in Erzen und Phosphatgesteinen 440
Uran(VI), volumetrische Bestimmung 190; gravimetrische Bestimmung im Stahl 400
Urethanpolymerisate, Bestimmung von Isocyanat 74
Urin, Bestimmung von Calcium 212; Nachweis von Jodid 47; Bestimmung von Strychnin 238; von Nitrofurantoin 239; von Adrenalin und Noradrenalin 225; siehe auch Harn
Urotropin, Bestimmung des Tetraphenyloborat-Anions 310

Vakuumdestillationen, Kugelrohranordnung 146
Vakuum-Umlaufverdampfer, Konstruktion 146
Valin, Bestimmung in Fischmehl 65
Vanadametrie 117
Vanadat, Einfluß auf die Titanbestimmung 328; auf die Uranbestimmung 103
Vanadinkontakte, Analyse der Vanadiumoxyde 442
Vanadium, colorimetrische Bestimmung 294; spektralphotometrische Bestimmung 49; Bestimmung mit Hydrazinophthalazin und Dihydrazinophthalazin 49; Bestimmung in Stahl, Ferrovanadin u. dgl. 400; in Spezialstählen 398
Vanadium(V), Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136
Vanadiumoxyde, Analyse von Gemischen 442
Vanille, mikroskopische Untersuchung 393
Vanillin, polarographische Reduktion 313
Vasculat, Nachweis 206
Verdampfungsanalyse zur Erfassung geringster Stoffmengen 410
Verdünnungsanalyse, Anwendung 368
Veritol, Nachweis 206
Vernickelungsbäder, Bestimmung von Borsäure 443
Verunreinigungen, Bestimmung in Antimon mit Hilfe von Dithizon 15
Vinva rosea, Nachweis von Cholin 80
Violursäure zur Bestimmung von Eisen(II) 300
Vitamin A-Synthese, polarographische Untersuchung des Vorganges 80
Vitamin B_1, Bestimmung 65
Vitamin B_2, Bestimmung 65
Vitamin B_6, Bestimmung im Harn 233
Vitamin B_{12}, Bestimmung 65
Vitamin B_{12}-Faktoren, papierchromatographische Trennungen 128
Vitamin C, Bestimmung 65
Vitamin E, Bestimmung des Gesamtvitamins neben α-Tocopherol 389
Vitamin K_3, Bestimmung 65
Vitamin K_5, Bestimmung 65
Vitamine, polarographische Bestimmung 65, 138; Bestimmung durch oscillographische Polarographie 138; mikrobiologische Bestimmung 390; Trennung von Vitamin A und D in pharmazeutischen Präparaten 461
Vitaminpräparate, Bestimmung von Menadion 460
Volumo-Colorimetrie in der chemischen Analyse 378

Wachse, adsorptive Trennung von Kohlenwasserstoffgemischen 452
Vom Wasser, ein Jahrbuch für Wasserchemie und Wasserreinigungstechnik (Fachgruppe Wasserchemie in der Gesellschaft Deutscher Chemiker) 147 [L]
Wasser, Bestimmung nach Karl Fischer durch automatische Titration 377; kleiner Mengen nach Karl Fischer 380; Schnellbestimmung in Böden 445; maßanalytische Bestimmung in Alkoholen 444; Bestimmung kleiner Mengen in Essigsäure 444; Apparat zur Bestimmung 379; Bestimmung von Fluoriden 446; Bestimmung von organisch gebundenem Stickstoff 150;

von Chlorpikrin 150; siehe auch Abwasser, sowie Feuchtigkeit, Mineralwasser, und Seewasser
Wasserstoff, gaschromatographische Bestimmung 124; gaschromatographische Abtrennung 124; Bestimmung mit C und N aus einer Einwaage 303; Mikrobestimmung von aktivem Wasserstoff in organischen Verbindungen 203; Bestimmung in Chinolacetaten 302; Anomalien bei der Bestimmung in Chinolacetaten 302; qualitative Vorprobe zur Analyse von Substanzen durch Erhitzen im Wasserstoffstrom 371
Wasserstoffionen, Trennung von Kupferionen auf Grund der Wanderungsgeschwindigkeit 177
Wasserstoffperoxyd, photometrische Bestimmung 280; Bestimmung neben Oxalsäure 280
Wasserstoffperoxyd und Natriumtitanfluorid als Reagens auf Kieselsäure 287
Weichweizenmehl, Nachweis in Grieß und Teigwaren 62
Wein, Unterscheidung naturreiner und gezuckerter Weine 382; Bestimmung von Sauerstoff 464; Nachweis von Thujon 60
Wein-Emetinsäure, Reaktion mit Bromlösung 268
Weinhaltige Getränke, Nachweis von Thujon 60
Weißmetall, Bestimmung von Blei 140
Wermutwein, Nachweis von Thujon 60
Whisky, flammenphotometrische Bestimmung von Magnesium 61
Wismut, Bestimmung 374; amperometrische Bestimmung 367; Bestimmung neben Quecksilber 285; Bestimmung in Gußmaterialien 398; Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Wismut-2-mercaptothiazolin zur Bestimmung von Jodid 47
Wolfram, Störung bei der Vanadiumbestimmung 49
Wolframat, Trennung von Molybdat 173; Einfluß auf die Uranbestimmung 102

Xanthydrol, Nachweis 315
Xylenorange als Indicator 375
Xylol-Moschus, polarographische Untersuchung 313

Yttrium, chelatometrische Bestimmung 143; Bestimmung von Spuren Zink 67
^{90}Yttrium, Bestimmung durch Rückstreuung der β-Teilchen 370
Yuccagnin, Farbreaktion 233

Zahnpflegemittel, Beurteilung nach der Schaumkraftzahl 80
Zimtaldehyd, Bestimmung in der Zimtrinde 459
Zimtrinde, Bestimmung von Zimtaldehyd 459
Zink, polarographisches Verhalten in Glycinlösungen 136; Halbstufenpotential in Glycinlösungen 136; Bestimmung 374; papierchromatographische Trennung und Bestimmung 129; Bestimmung mit Kaliumcyanoferrat(II) 368; chelatometrische Bestimmung 143; Bestimmung neben Quecksilber 285; Bestimmung in Abwässern und Industrieabfällen 149; in technischen Produkten 140; in Legierungen 139; von Spuren in verschiedenen Metallen 67; Bestimmung in Leichtmetallen 151; in Streupulver, Talkum und Bolus alba 318; in Pflanzenaschen 445; in offizinellen Salben 319; Einfluß auf die Uranbestimmung 102; Bestimmung von Kupfer 393; von Arsen 436
Zinkerze, Bestimmung von Arsen 436
Zinklegierungen, polarographische Bestimmung von Zink 139
Zinn, colorimetrische Bestimmung mit verschiedenen Oxazonen 288; Bestimmung kleiner Mengen in Erzen 437; polarographische Bestimmung von Blei in reinem Zinn 139, 140
Zinnlegierungen, Bestimmung von Blei 140
Zirkon, Bestimmung von Thorium 438, 439
Zirkonium, photometrische Bestimmung mit Hilfe von Morin 292; komplexometrische Bestimmung 290, 291; Bestimmung in Gegenwart von Seltenen Erden 290; spektralphotometrische Bestimmung in Stählen 399; Einfluß auf die Uranbestimmung 102
Zirkoniumoxyd, Abtrennung von Niob und Tantal 351
Zirkoniumsalze, Analysengang zur Bestimmung von Zirkonium 291
Zucker, Oxydationsstufen in der Polarographie 136; Bestimmung von reduzierenden Zuckern 378; enzymatische Bestimmung in Blut 226
Zuckerformazane, polarographische Untersuchung 142
Zuckertetrazoliumderivate, polarographische Untersuchung 142
Zwillings-Capillarelektroden in der Polarographie 136